

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECANICA

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICO-MICROESTRUTURAL DE LIGA FERROSA
SINTERIZADA EM BAIXA TEMPERATURA

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA A UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA MECANICA

PAULO VICTOR PRESTES MARCONDES

FLORIANOPOLIS, DEZEMBRO DE 1991.

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICO-MICROESTRUTURAL DE LIGA FERROSA
SINTERIZADA EM BAIXA TEMPERATURA

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO

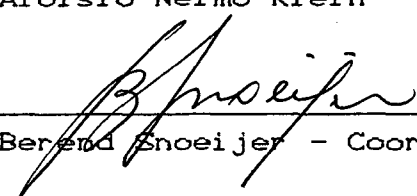
DO TÍTULO DE

MESTRE EM ENGENHARIA

ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
FABRICAÇÃO MECÂNICA, APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO CURSO DE
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA



Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein - Orientador



Prof. Dr. Ing. Berend Snoeijer - Coordenador do Curso

BANCA EXAMINADORA:



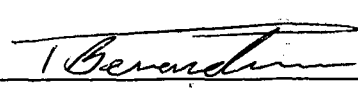
Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein-Presidente



Prof. Dr. Ing. Berend Snoeijer



Prof. Dr. Eng.º Orestes Estevam Alarcon



Eng. Pedro Amedeo Nannetti Bernardini

A Meus Pais
João e Almira

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Aloísio Nelmo Klein, pela orientação e pelo apoio concedido na execução dessa dissertação.

Agradeço, igualmente, ao Eng. Pedro Amedeo Nannetti Bernardini pela co-orientação, sugestões e auxílio na realização dos ensaios e elaboração desta dissertação.

Agradeço ao técnico Rui Hermes Gobbi e a Fernanda Debiasi pelo auxílio na realização dos ensaios.

Agradeço a Fernanda Debiasi e a Márcio Mafra pela execução dos desenhos desta dissertação.

Agradeço à EMBRACO, pela oportunidade de utilização de suas facilidades laboratoriais.

Agradeço ao CNPq, pela bolsa de estudos e pelo apoio financeiro concedido.

agradeço a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho, em particular aos colegas do LABMAT/EMC - UFSC.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
2. MECANISMOS DE TRANSPORTE DE MATÉRIA E TÉCNICAS DE ATIVAÇÃO....	3
2.1.-MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO.....	4
2.2.-IMPORTANCIA DOS DIVERSOS MECANISMOS DE TRANSPORTE EM MATERIAIS METALICOS E CERAMICOS.....	8
2.3- TÉCNICAS DE ATIVAÇÃO.....	9
3. CARACTERÍSTICAS DA SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA.....	13
3.1-TIPOS DE FASE LÍQUIDA.....	13
3.2-ESTÁGIOS DA SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA.....	18
3.3-CRITÉRIOS PARA SELEÇÃO DE ELEMENTOS DE LIGA.....	22
4. UTILIZAÇÃO DO Cu_3P EM SISTEMAS FERROSOS.....	26
4.1 JUSTIFICATIVA PARA O EMPREGO DO Cu_3P	26
4.2. PROPRIEDADES DE SISTEMAS FERROSOS TÍPICOS.....	29
5. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	31
5.1. MATÉRIAS PRIMAS.....	31
5.2. MISTURA DOS POS.....	32
5.3. COMPACTAÇÃO.....	32
5.4. SINTERIZAÇÃO.....	33
5.4.1. PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO.....	33
5.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS (RESISTENCIA E ALONGAMENTO).....	35
5.6 PROPRIEDADES FÍSICAS.....	35

5.6.1 DENSIDADE.....	36
5.6.2 VARIAÇÃO DIMENSIONAL.....	36
5.7 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	37
5.7.1 MICROSCOPIA ÓTICA.....	37
5.7.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA.....	37
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	38
6.1.-CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	39
6.1.1.-ANÁLISE QUÍMICA E DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA..	38
6.1.2.-COMPRESSIBILIDADE DO PÓ DE FERRO.....	40
6.2.-INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E PERCENTUAL DE ADITIVO (Cu_3P) NA MICROESTRUTURA, PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL.....	41
6.2.1.-ASPECTOS MICROESTRUTURAIS.....	41
6.2.2.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL..	45
6.3.-INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA, PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL.....	52
6.3.1.-ASPECTOS MICROESTRUTURAIS.....	52
6.3.2.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL..	58
6.4.-INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DO ADITIVO (Cu_3P) NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL.....	63
6.4.1.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL..	63
6.5.-INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA DE SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	66
6.5.1.-PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	66
7. CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	70

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....76

ANEXO I - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NO LIMITE DE RESISTÊNCIA.

ANEXO II - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NO ALONGAMENTO.

ANEXO III - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NA VARIAÇÃO DIMENSIONAL LONGITUDINAL.

ANEXO IV - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NA VARIAÇÃO DIMENSIONAL TRANSVERSAL.

ANEXO V - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NO LIMITE DE RESISTÊNCIA E ALONGAMENTO.

ANEXO VI - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA DE SINTERIZAÇÃO NO LIMITE DE RESISTÊNCIA E ALONGAMENTO.

RESUMO

Foram revistos os mecanismos de transporte de matéria na sinterização e técnicas de ativação, com ênfase na sinterização com fase líquida.

Estudou-se ainda a influência da temperatura de sinterização, do tempo de sinterização, do teor de Cu_3P adicionado ao ferro, da granulometria do aditivo e da atmosfera de sinterização com o objetivo de averiguar a possibilidade de obtenção de propriedades mecânicas moderadas e boa precisão dimensional, mediante baixa temperatura de sinterização.

A maioria dos componentes ferrosos sinterizados têm como requisitos limite de resistência superior a 300 MPa e alongamento de aproximadamente 4%, associadas à boa precisão dimensional. Os resultados obtidos indicaram ser possível a obtenção de propriedades mecânicas moderadas, com a adição de 3,5% de Cu_3P ao ferro em sinterização a 870 °C por 1 hora, ou adição de 2,5% de Cu_3P mediante sinterização a 1030 °C por 30 minutos, possibilitando aumentar a competitividade do processo de fabricação por metalurgia do pó.

A precisão dimensional foi caracterizada nos sentidos longitudinal e transversal em relação à cavidade da matriz e em relação ao compactado verde.

Os resultados indicaram que a variação dimensional é

fortemente dependente da temperatura de sinterização, do teor de Cu_3P adicionado e do referencial adotado para medição (longitudinal ou transversal). Concluiu-se ainda que, do ponto de vista industrial, a caracterização da variação dimensional em valores percentuais pode não ser adequada devido à forte influência do referencial adotado, sendo preferível o uso de valores absolutos. Finalmente constatou-se que, sob certas condições, a variação dimensional resultante da relaxação do compactado é significativa em relação à variação dimensional total, evidenciando a importância da rigidez da matriz de compactação.

ABSTRACT

This dissertation deals with the mechanisms of mass transfer in sintering and activation techniques, mainly in liquid phase sintering. Sintering temperature and time, Cu_3P content in iron, additive grain size and sintering atmosphere, as well as influences in order to achieve moderate mechanical properties and good dimensional precision, in low temperature sintering are also studied.

The majority of sintered iron components must have moderate mechanical properties (tensile strength greater than 300 MPa and elongation around 4%) associated to good dimensional precision.

Results have show that it is possible to achieve moderate mechanical properties with the addition of 3,5% Cu_3P to iron (870 °C, 1 hour sintering) or 2,5% Cu_3P (1030 °C, 30 minutes sintering). It is possible by this way to raise the competitiveness of the powder metallurgy fabrication process.

Dimensional precision was characterized in longitudinal and transversal senses in relation to the die cavity and to the green compact. Results have show that dimensional variation is strongly dependent on sintering temperature, Cu_3P content, and on the adopted referential for measuring (longitudinal or

transversal)). It is also concluded that, from the industrial point of view, the characterization of the dimensional variation in percent values might not be adequate, because of the strong influence of the adopted referential, rather using absolute values.

Finally, it is noted that, under certain conditions, the dimensional variation of the green compact (springback) is significative in relation to the total dimensional variation, showing the importance of the stiffness of the compacting die.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

A maioria dos componentes ferrosos sinterizados encontra aplicação em situações que exigem baixa resistência (300 MPa) associada a uma boa precisão dimensional (visto que tais produtos tendem a competir com processos de fabricação por usinagem) [1,2]. Neste caso, os elementos tipicamente adicionados ao ferro são o cobre, níquel e o carbono, com temperatura de sinterização de 1120 a 1150 °C.

Do ponto de vista industrial, há estimativas que uma redução de 100 °C na temperatura de sinterização possibilite uma economia de 20% no consumo de energia e 50% nos custos de manutenção do forno [3], aumentando a competitividade do processo em relação aos demais. A possibilidade de redução da temperatura está ligada à cinética de transporte de matéria do aditivo utilizado durante a sinterização. No caso do uso de cobre, há uma forte redução da cinética abaixo de 1083 °C devido à solidificação do mesmo.

Tanto a literatura [3,4] como trabalhos em desenvolvimento no LABMAT [5,6] indicam que há a potencialidade do

emprego de Cu_3P como aditivo de sinterização do ferro, com a finalidade de baixar a temperatura de sinterização. Por outro lado, trabalhos anteriores [6-8], apesar de indicar a potencialidade do uso de Cu_3P , não haviam logrado êxito quanto à obtenção de propriedades mecânicas moderadas mediante baixa temperatura, devido possivelmente, às condições inadequadas adotadas nos experimentos.

Neste trabalho, revisaram-se os mecanismos de transporte de matéria, técnicas de ativação (com ênfase em fase líquida) e as propriedades dos materiais ferrosos de uso típico.

Do ponto de vista experimental, visou-se estabelecer a influência da temperatura e quantidade de aditivo (Cu_3P) nas propriedades mecânicas (resistência e alongamento) e na precisão dimensional do material, mediante o emprego de condições de processo (menor granulometria e maior pressão de compactação) diferentes e mais adequadas que aquelas dos trabalhos anteriores.

CAPÍTULO 2

MECANISMOS DE TRANSPORTE DE MATÉRIA E TÉCNICAS DE ATIVAÇÃO.

Em metalurgia do pó, o processo de sinterização pode ser definido de uma forma global ou local.

Do ponto de vista macroscópico, a sinterização é definida como um processo de tratamento térmico que aumenta a resistência do compactado sem que haja fusão generalizada do material [1,9]. Por outro lado, do ponto de vista microscópico, o processo de sinterização consiste no transporte de matéria visando a homogeneização dos potenciais químicos locais presentes no sistema, cuja consequência é a redução da superfície livre, (redução da porosidade e/ou aumento do tamanho de grão) e homogeneização dos elementos [10-14]. Assim sendo, torna-se essencial a compreensão dos mecanismos de transporte de matéria, que podem operar durante a sinterização, para que se possa controlar as propriedades desejadas no material.

Neste capítulo, discutir-se-ão os diversos mecanismos de transporte de matéria e sua influência relativa nos sistemas metálicos e cerâmicos típicos existentes. Abordar-se-á, ainda, as diversas técnicas de ativação da sinterização.

2.1. MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO

O transporte de matéria é o aspecto microscópico fundamental do processo de sinterização. Apesar de que diversos mecanismos podem atuar simultaneamente, geralmente um deles é mais significativo que os demais.

Os diversos mecanismos que podem atuar num dado sistema são: 1) evaporação e condensação, 2) difusão, 3) escoamento viscoso, 4) escoamento plástico, 5) fase líquida.

a) Evaporação e condensação [10-14]

Em materiais de elevada pressão de vapor, o fluxo de material pode se dar através da fase gasosa e, como ilustrado na figura 1, o material migra da superfície para o pescoço, resultando num crescimento do contato. Porém, não se tem a aproximação dos centros das partículas, de onde se conclui que esse mecanismo não propicia a densificação e sim somente o crescimento de grão.

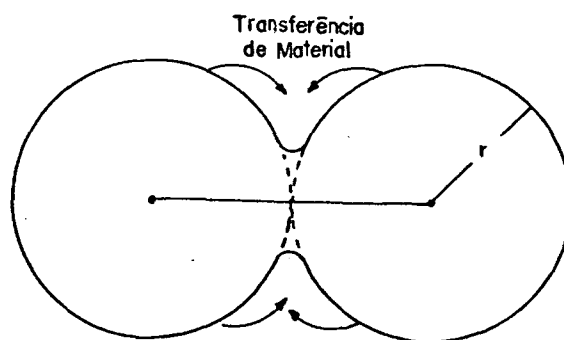


Figura 1 - Estágio inicial da sinterização por evaporação-condensação [11].

A força motriz, neste caso, consiste nas distintas

pressões de vapor resultantes dos raios de curvaturas diferentes entre superfície e pescoço. Esse mecanismo não é de grande importância para os materiais metálicos ou cerâmicos, já que estes apresentam uma baixa pressão de vapor.

A sinterização de Zn e de NaCl são exemplos onde este mecanismo é significativo.

b) Difusão [10-14]

Se a pressão de vapor é baixa, a principal transferência de matéria ocorre por difusão no estado sólido. Nesse caso, a força motriz para o transporte de matéria resulta da diferença de energia livre entre a região do "pescoço" e da superfície da partícula (diferença entre os raios de curvatura da superfície e do "pescoço" da partícula). Dessa maneira, tem-se justificada a difusão dos átomos na direção do pescoço, mesmo não havendo gradientes químicos.

A figura 2 ilustra o transporte de matéria e a tabela 1 sintetiza os diversos mecanismos estudados até aqui.

Todos os mecanismos mostrados na figura 2 transportam matéria para o "pescoço", resultando em crescimento de grão, mas somente a transferência a partir de discordâncias no material ou originada em contorno de grão entre as partículas causam encolhimento e redução da porosidade, ou seja, mecanismos 4,5,6.

Tabela 1 - Caminhos alternativos para o transporte de matéria durante o estágio inicial de sinterização [11].

MECANISMO	CAMINHO DE TRANSPORTE	ORIGEM DE MATÉRIA	SUMIDOURO DE MATÉRIA
1	DIFUSÃO SUPERFICIAL	SUPERFÍCIE	"PESCOÇO"
2	DIFUSÃO VOLUMÉTRICA	SUPERFÍCIE	"PESCOÇO"
3	EVAPORAÇÃO	SUPERFÍCIE	"PESCOÇO"
4	DIF. EM CONT. GRÃO	CONT. GRÃO	"PESCOÇO"
5	DIFUSÃO VOLUMÉTRICA	CONT. GRÃO	"PESCOÇO"
6	DIFUSÃO VOLUMÉTRICA	DISCORDÂNCIAS	"PESCOÇO"

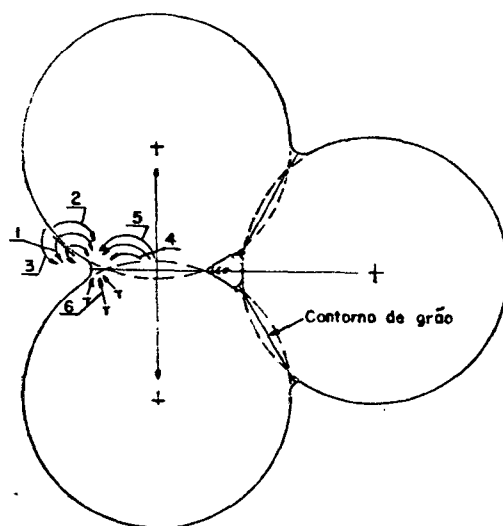


Figura 2 - Caminhos alternativos de transporte de matéria durante os estágios de sinterização [11].

c) Escoamento viscoso [11,14,15]

A força motriz do escoamento viscoso consiste na tensão de tração existente no "pescoço" e na tensão de compressão existente na superfície da partícula, cuja origem está nos raios de curvatura. Essas tensões causam um fluxo viscoso de material para a região do poro.

Esse mecanismo ocorre em alguns sólidos cristalinos (aço rápido obtido através de sinterização supersólidos) e materiais amorfos sendo muito importante na sinterização de vidros.

d) Escoamento plástico [11,14]

A força motriz do escoamento plástico é semelhante à anterior, isto é, a existência de tensões na região do poro. Por outro lado, tais tensões podem ter origem numa tensão externa aplicada sobre o material. Obviamente, o mecanismo de transporte de matéria é o de deformação plástica causada pelo movimento das discordâncias. Este mecanismo tem importância em sistemas sinterizados sob pressão, tal como compactação isostática a quente.

e) Fase líquida [11,15,18]

Até aqui, os mecanismos anteriormente citados são atuantes na presença ou não de heterogeneidades químicas. A presença de heterogeneidades químicas pode gerar uma fase líquida que introduz dois mecanismos adicionais de transporte de matéria. O primeiro, consiste no espalhamento do líquido devido à molhabilidade do mesmo e à ação de forças capilares, acarretando

numa aceleração da homogeneização. O segundo, consiste na solução e reprecipitação de átomos através do líquido (aqui a força motriz é a diferença de potencial químico entre os raios da superfície e do pescoço das partículas). Neste caso, a maior mobilidade difusional dentro do líquido contribui para a densificação, mas, por outro lado, acarreta em um aumento dos processos de crescimento de grão.

A figura 3 mostra esquematicamente o transporte de matéria, através do líquido, da superfície para o pescoço.

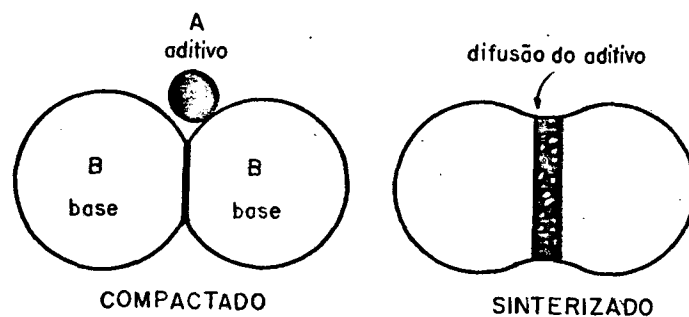


Figura 3 - Modelo esquemático para a ativação da sinterização por fase líquida [17].

Comparando-se a figura 3 com a figura 2 constata-se que a presença de fase líquida tende a ter forte efeito acelerador da cinética, devido a difusão através da fase líquida (mecanismo de solução-reprecipitação).

2.2. IMPORTÂNCIA DOS DIVERSOS MECANISMOS DE TRANSPORTE EM MATERIAIS METÁLICOS E CERÂMICOS [1,9-17]

Anteriormente, foram caracterizados os diversos mecanismos de transporte de matéria e, a seguir, apresentar-se-á a tabela 2, relacionando esses mecanismos e sua importância em sistemas típicos metálicos e cerâmicos.

TABELA 2 - Mecanismos predominantes na sinterização de materiais metálicos e cerâmicos.

Mecanismo	Material	Exemplos	Importância
Evaporação/ Condensação	Metais Cerâmicos	Zn, Mn NaCl	pouca pouca
Difusão	Metais Cerâmicos	Fe, Cu, Ti Al ₂ O ₃	muita muita
Fluxo Viscoso	Metais Cerâmicos	Aço rápido Silicatos, SiO ₂	só em (1) só em (2)
Escoamento Plástico	Metais Cerâmicos	Al-Cu-Mn SiC	só em (3) só em (3)
Fase Líquida	Metais Cerâmicos	Fe-Cu, FeP UO ₂ -TiO ₂ , Cermets	muita muita

(1) Sinterização Supersólidos.

(2) Sistemas com fase vítrea.

(3) Metais sinterizados sobre pressão e forjamento a quente

Na tabela 2 constata-se que o mecanismo de difusão e os mecanismos presentes na sinterização com fase líquida são os mais importantes para a sinterização de materiais metálicos.

2.3- TÉCNICAS DE ATIVAÇÃO

Existem diversas técnicas para acelerar os mecanismos de transporte de matéria (ativação) com o objetivo de aumentar a competitividade do processo (melhoria das propriedades, redução da temperatura e/ou tempo de sinterização).

As diversas técnicas de ativação são abordadas a seguir.

a)-Redução da porosidade inicial [15,17,19-22]

A redução da porosidade inicial, presente no compactado verde, não se constitui propriamente na aceleração de algum mecanismo de transporte de matéria, mas possibilita a obtenção de porosidades finais menores, resultando em melhoria de propriedades do sinterizado.

Muitas técnicas baseiam-se na redução da porosidade inicial, tais como: 1-aumento da pressão de compactação; 2-aumento da compressibilidade dos pós; 3-uso de lubrificantes; 4-uso de compactação sob estado triaxial de tensões (CIP, HIP, etc) e 5-uso da técnica de liga adequada, visando preservar a compactabilidade (com a vantagem adicional de evitar a formação de fases intermediárias que prejudicariam a cinética de transporte).

b)-Intensificação do escoamento plástico [19,20,22-24]

A rotina básica da metalurgia do pó consiste nas etapas de compactação e sinterização. Algumas variantes desse processo foram desenvolvidas no sentido de combinar os efeitos de: 1-compactação sob estado triaxial de tensões, já citado anteriormente, visando reduzir e homogeneizar a distribuição de

densidade no compactado verde, tal como na compactação isostática a frio e; 2- deformação plástica a quente (visando acentuar o mecanismo de escoamento plástico durante a sinterização, resultando em forte redução da porosidade final do material durante a sinterização, tal como na compactação isostática a quente e no forjamento a quente).

c)-Intensificação da difusão [20,22,25]

A difusividade dos elementos pode ser intensificada mediante as seguintes técnicas: 1-aumento da temperatura de sinterização (por elevar o coeficiente de difusão); 2-redução da granulometria das partículas (por elevar a difusividade devido ao menor raio de curvatura) 3-utilização de fases de maior coeficiente de autodifusão (como na sinterização em campo ferrítico) 3-possibilitar formação de camada, na superfície das partículas, com alta densidade de defeitos cristalinos (mediante uso de ativadores a base de Ni e Pd em ligas de W e/ou Mo, ou ainda mediante uso de atmosferas que reduzam a camada óxida como no caso do HCl em hidrogênio) e 4-possibilitar um caminho de difusão cineticamente mais rápido (difusão através de fase líquida).

d)-Intensificação do fluxo viscoso [11,14,16]

O fluxo viscoso pode ser intensificado mediante uso das seguintes técnicas: 1-uso de fase vítrea, isto é, uma fase amorfa sem solubilidade na matriz (como no caso de algumas cerâmicas) e 2-uso de fase líquida com pouca solubilidade na matriz (como no estágio de rearranjo durante a sinterização de alguns sistemas

ferrosos com fase líquida).

e)-Intensificação da evaporação/condensação [25-29]

A intensificação do transporte via fase gasosa tem sido obtida mediante uso de aditivos a base de carbonatos em sistemas ferrosos, por possibilitar transporte de carbono através da fase gasosa gerada durante a sinterização.

f)-Intensificação da fase líquida

Dentre as diversas técnicas utilizadas para acelerar os mecanismos de transporte de matéria, destaca-se a sinterização com fase líquida, como amplamente empregada na fabricação de componentes ferrosos. O modo de se intensificar o espalhamento líquido (sinterização com fase líquida), está basicamente apoiado na seleção adequada do aditivo. Este aspecto é discutido no próximo capítulo.

CAPÍTULO 3

CARACTERÍSTICAS DA SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA

A presença de fase líquida possibilita acelerar a cinética de transporte de matéria durante a sinterização, resultando em maior densidade relativa do material, se comparada com a sinterização no estado sólido. Por conseguinte, esta técnica permite aumentar a competitividade da metalurgia do pó em relação aos demais processos de fabricação [15,17,20,22].

Nesse capítulo, discutir-se-ão os possíveis tipos de fase líquida, principais características de cada tipo, fenômenos envolvidos na sinterização (estágios) e critérios para seleção de elementos de liga.

3.1-TIPOS DE FASE LÍQUIDA

Dependendo do tipo de sistema utilizado, composição final da liga, técnica de liga e temperatura de sinterização, pode-se ter fase líquida permanente ou transiente.

a)-Fase líquida permanente [14-16,25].

A característica principal da sinterização com fase líquida permanente reside no fato de que a composição final da

liga (isto é, atingido o estado de equilíbrio do sistema), na temperatura de sinterização, situa-se numa região do diagrama de equilíbrio em que há uma fase líquida, conforme ilustrado na figura 4, onde: C_m = composição média da liga e T_s = temperatura de sinterização.

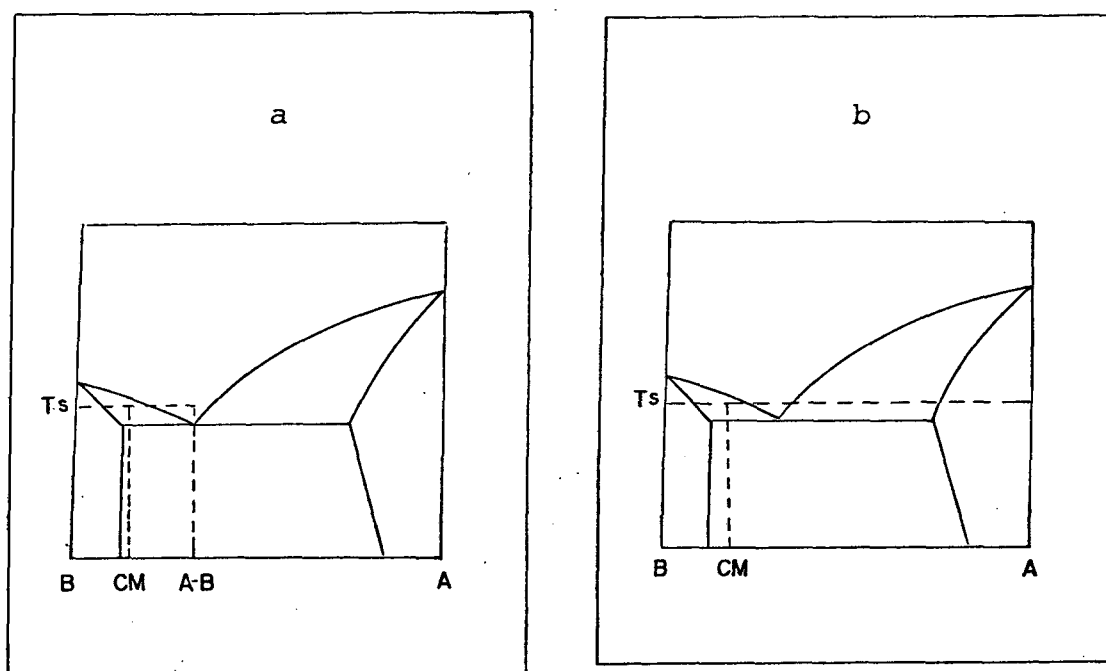


Figura 4 - Diagrama de fases com características para fase líquida permanente: (a) sem difusão inicial; (b) com difusão inicial.

Note-se que, a definição de fase líquida permanente se refere somente ao estado final (portanto, de equilíbrio) do sistema. Assim sendo, pode haver casos em que a fase líquida permanente é formada instantaneamente, como no sistema Fe-10Cu (basta atingir o ponto de fusão do cobre) ou então, há casos em que se necessita difusão inicial para a formação do líquido, como é o caso do sistema Fe-Mo.

As principais características da sinterização com

presença de fase líquida permanente são: 1-possibilidade de atingir uma densidade relativa final próxima à teórica; 2-possibilidade de redução da temperatura de sinterização; 3-exigência de adição de elementos de liga acima do teor máximo de solubilidade na matriz ; 4-utilização de mistura de pós puros (caso do Fe+Cu) ou parcialmente ligados (caso do Fe-Fe₃P) e 5- possibilidade de crescimento de grão acentuado.

Exemplos clássicos de sinterização com fase líquida permanente são o metal duro e Fe-10% Cu.

b)-Sinterização supersólidos [15,16,20,25,30]

A sinterização supersólidos é um caso particular da sinterização com fase líquida permanente. A utilização de pós pré-ligados ao invés de mistura de pós elementares ou parcialmente ligados é a principal diferença entre elas.

Os pós pré-ligados são sinterizados em uma temperatura pouco acima da linha sólidos, onde se terá a formação de um filme líquido no contorno de grão do interior de cada partícula. Este fenômeno tem origem no fato de que, durante a fabricação do pó, por atomização, ocorre segregação dos elementos de mais baixo ponto de fusão para o contorno de grão (zonamento) devido à solidificação em condições de não-equilíbrio.

Durante a sinterização, o líquido formado no interior das partículas resulta numa fragmentação das mesmas, gerando maior homogeneidade da distribuição do líquido e acentuada densificação, conforme ilustra a figura 5.

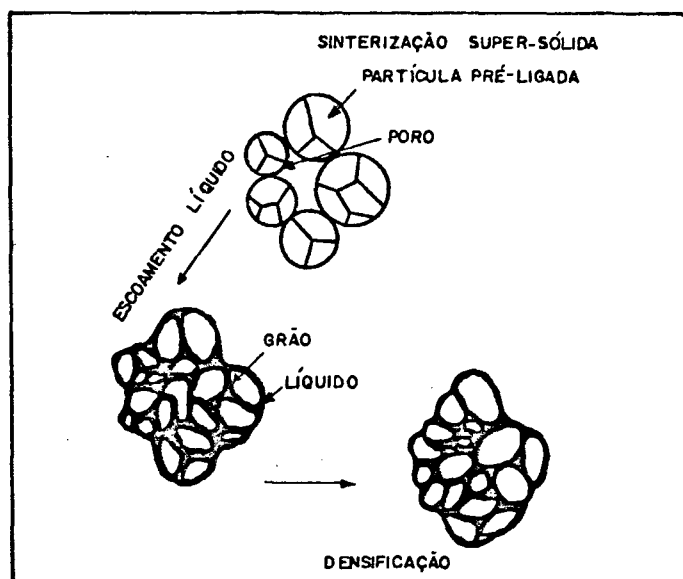


Figura 5 - Diagrama da sinterização supersólidos [30].

As principais características da sinterização supersólidos consistem em: 1-utilização de pós pré-ligados; 2-necessidade de controle estreito da temperatura de sinterização; 3-possibilidade de refino de grão em relação à sinterização convencional com fase líquida; 4-possibilidade de obtenção de uma estrutura bastante homogênea.

Os exemplos típicos de aplicação de sinterização supersólidos consiste no caso dos aços ferramentas e aços rápidos, resultando em microestruturas mais homogêneas e de maior vida útil, que no caso da fabricação por metalurgia de lingote.

c)-Fase líquida transiente [14-16,25]

Nesse sistema, a sinterização ocorre envolvendo a formação e posterior solidificação da fase líquida por homogeneização difusional (super-resfriamento constitucional), na temperatura de sinterização. Deve-se notar que, o que caracteriza

a fase líquida transiente, é o fato da composição da liga situar-se totalmente no campo sólido (diagrama de equilíbrio) para a temperatura de sinterização considerada, conforme ilustra a figura 6.

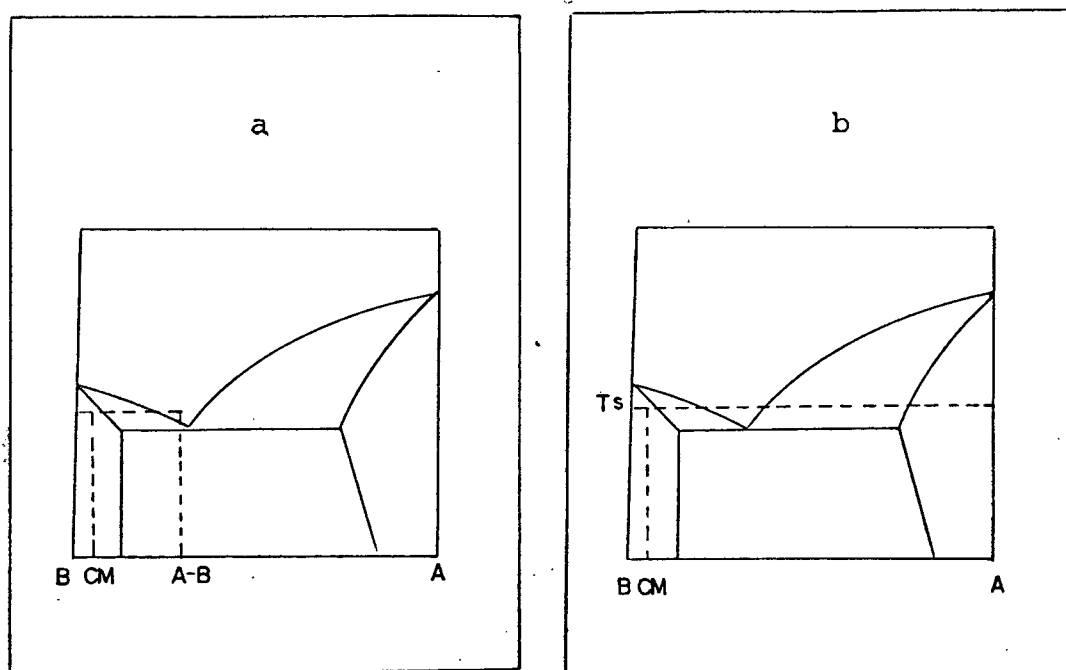


Figura 6 - Diagrama de fases com características para fase líquida transiente: (a) sem difusão inicial; (b) com difusão inicial.

Note-se que, neste caso, a definição de fase líquida transiente também se refere ao estado de equilíbrio, independentemente do mesmo ser ou não atingido durante a sinterização.

As principais características da sinterização com presença de fase líquida transiente são: 1-possibilidade de atingir uma densidade relativa final superior àquela obtida na sinterização no estado sólido, porém inferior à fase líquida permanente; 2- possibilidade de redução da temperatura de sinterização; 3-exigência de adição de elementos de liga abaixo

do teor máximo de solubilidade na matriz ; 4-utilização de mistura de pós puros (caso do Fe+Cu) ou parcialmente ligados (caso do Fe-Fe₃P) e 5- possibilidade de crescimento de grão superior àquela do estado sólido, porém inferior à sinterização com fase líquida permanente.

Alguns exemplos de sinterização com fase líquida transiente são os aços resistentes ao desgaste contendo nióbio e ligas ferrosas contendo teor de cobre inferior a 10%.

3.2-ESTÁGIOS DA SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA [14,16]

Neste item, abordam-se de forma resumida os estágios de sinterização com fase líquida, visto que o assunto já foi extensivamente discutido por German [16] e outros.

A descrição clássica da sinterização com fase líquida é feita separando-a em três estágios por motivos didáticos, pois os fenômenos que ocorrem em cada um desses estágios atuam simultaneamente mas com intensidade que variam ao longo do processo.

A figura 7 mostra a sequência esquemática desses estágios.

a)-Primeiro estágio

O estágio inicial é o menor deles, como pode ser visto pela figura 7, e é referido como estágio de rearranjo devido à significativa variação de densidade, resultante do reempacotamento das partículas com a formação do líquido.

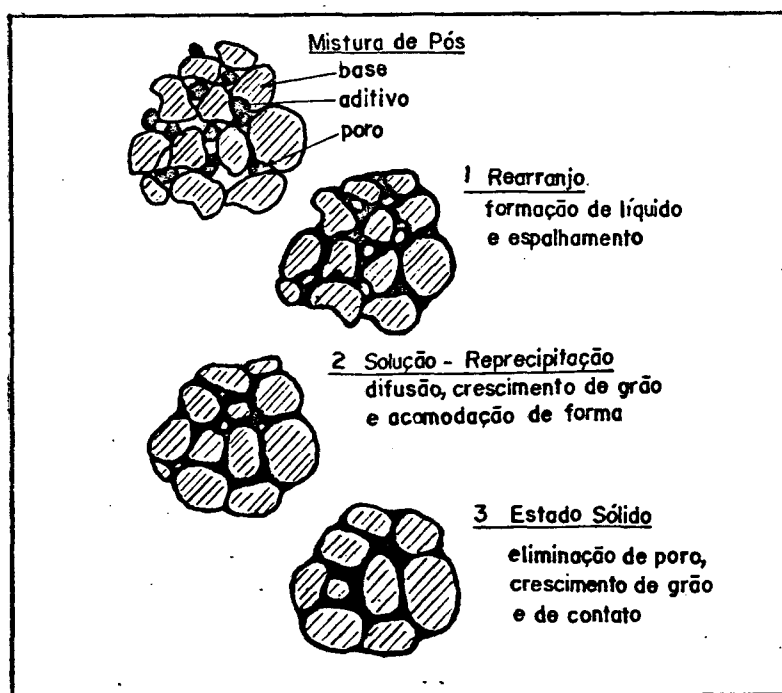
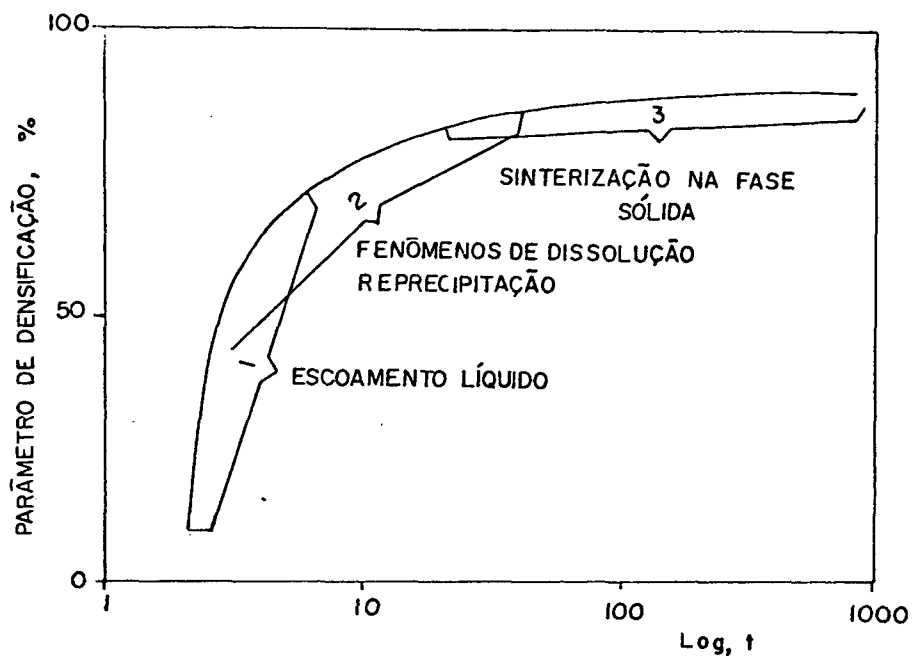


Figura 7 - Estágios envolvidos na sinterização com fase líquida [14].

Nessa etapa, considerável encolhimento ou inchamento pode ocorrer dependendo das condições de molhabilidade do líquido formado. Havendo boa molhabilidade, há uma rápida densificação devido às forças capilares exercidas pelo líquido sobre as partículas sólidas. A eliminação da porosidade prossegue conforme o sistema diminui sua energia de superfície. Durante o rearranjo, o compactado responde como um sólido viscoso sob ação de forças capilares e, com o decréscimo da porosidade, a viscosidade tende a aumentar, causando o decréscimo na taxa de densificação observada na figura 7.

Apesar do estágio de rearranjo ser de pequena duração, as mudanças induzidas por ele são de grande significado para as propriedades finais dependentes da densidade, principalmente, quando o sistema apresenta encolhimento.

b)-Segundo estágio

Quando a densificação (ou inchamento) devido ao rearranjo diminui, os efeitos de solubilidade e difusividade tornam-se dominantes, iniciando-se o segundo estágio que é denominado de solução-reprecipitação e que se caracteriza pela densificação e por um crescimento de grão acentuado.

Conforme discutido por German [16], a densificação neste estágio se dá pelo transporte de material da matriz para o líquido, sendo que a distribuição dos tamanhos de partículas é de grande importância, tanto para a densificação como para o crescimento dos mesmos (devido ao gradiente do potencial químico originado por diferentes raios de curvatura). Nesse estágio, se terá o desenvolvimento de um esqueleto rígido do sólido e ainda haverá uma eliminação da porosidade residual pela acomodação da

forma dos grãos.

Ainda, segundo German [16], nessa etapa se terá a densificação, formação de contatos planos, crescimento dos "pescoços" e coalescimento microestrutural. A figura 8 ilustra os possíveis mecanismos pelos quais se pode ter o crescimento dos contatos dos grãos nesse estágio.

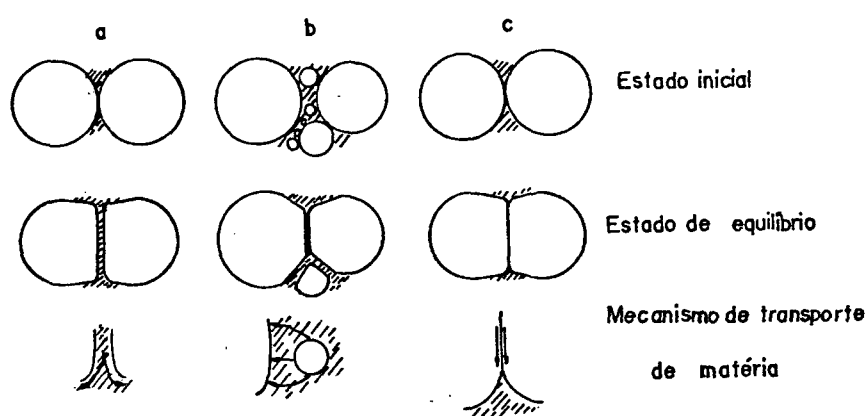


Figura 8 - Mecanismos de acomodação de forma e crescimento do pescoço durante o estágio intermediário; a) formação dos contatos planos, b) dissolução de grãos menores e c) difusão no estado sólido [16].

c)-Terceiro estágio.

O terceiro estágio da clássica sinterização com fase líquida, também chamado de estágio final, é controlado pela sinterização no estado sólido e pode ser considerado como uma extensão do estágio de solução-reprecipitação. A densificação obtida nesse estágio é pequena e isto se deve ao fato da presença de um esqueleto sólido, cuja rigidez dificulta a eliminação da porosidade.

Outro fato que dificulta a densificação é a presença de uma atmosfera, principalmente se insolúvel na matriz, pois pode

ocorrer aprisionamento de gases nos poros.

Esse terceiro estágio possibilita um crescimento de grão contínuo, por eventos de difusão e homogeneização da microestrutura, pois a mesma tenderá a aproximar-se da configuração de mínima energia sólido-líquido, como é sugerido por German [16].

Em geral, as propriedades mecânicas dos materiais sinterizados com fase líquida são degradadas por prolongadas sinterizações, pois se terá um crescimento de grão elevado no estágio final.

3.3-CRITÉRIOS PARA SELEÇÃO DE ELEMENTOS DE LIGA [5,17,18,25]

German desenvolveu critérios para a seleção de elementos de liga baseando-se em diagramas de equilíbrio binários. A nomenclatura adotada designa de B ao material base (ex.: Fe) e A ao aditivo selecionado (ex.: Cu), sendo que os critérios são abordados a seguir.

a)-Solubilidade

O material da base (matriz) deve possuir solubilidade no aditivo e o aditivo não deve possuir solubilidade na matriz. Isto pode ser expresso pela relação $S_b/S_a \gg 1$, onde S_b é a solubilidade de B em A e S_a é a solubilidade de A em B.

A relação acima deve ser satisfeita para que haja fluxo de material da matriz para o aditivo visando difusão através do líquido (resultando em maior cinética de transporte).

b)-Segregação

O aditivo deve permanecer segregado nas interfaces partícula-partícula para permanecer efetiva a contribuição de difusão por contorno de grão durante a sinterização, ou seja, para que haja o fluxo de matéria que resulte em densificação.

Além da relação de solubilidade, a segregação é favorecida pelas linhas sólidos e líquidos decrescentes com o aumento de aditivo na matriz, pois assim a interface líquida será rica em aditivo.

c)-Difusão

Assumindo que as condições de solubilidade e segregação são satisfeitas, a efetividade do aditivo é governada pela sua influência na taxa de transporte de material.

A sinterização é favorecida por uma relação alta entre as difusividades, conforme a equação $D_e/D_b \gg 1$ onde D_e é o coeficiente de difusão de B na camada de aditivo e D_b é o coeficiente de auto difusão de B. No caso da segunda fase (o aditivo) ser um líquido, a equação é obviamente satisfeita, devido a maior difusividade no líquido.

Uma baixa temperatura "líquidus" para o aditivo é um indicador de baixa energia de ativação e de alta difusividade. Portanto, diagramas de fases com eutéticos ou fases de baixa temperatura de fusão são desejáveis. Sistemas com fases intermediárias de alto ponto de fusão podem ser desfavoráveis.

d)-Diagrama de equilíbrio

Na figura 9 tem-se um diagrama binário ideal, cujas características estão correlacionadas com os critérios mencionados

mesma. O uso de aditivos hipereutéticos torna-se recomendável por aumentar o tempo de permanência da fase líquida, contribuindo para a difusividade do elemento da matriz.

Finalmente, o benefício real advindo de diversas combinações de solubilidade e difusividade são ainda objetos de estudos. As variáveis de processo mais apropriadas para a densificação podem variar muito de um sistema para outro.

CAPITULO 4

UTILIZAÇÃO DO Cu_3P EM SISTEMAS FERROSOS.

A utilização do cobre e do fósforo na metalurgia do pó ferrosa já foi bastante estudada [4,25,32-35]. Por outro lado, o emprego de tais elementos na forma de Cu_3P iniciou-se com Jandeska [3,36] (em ligas ferrosas estruturais sinterizadas) e tem sido recentemente empregado para a sinterização de aços ferramentas [4]. Em ambos os casos há o benefício da redução da temperatura de sinterização.

Neste capítulo, justificar-se-á a escolha do Cu_3P como ativador do processo de sinterização para baixa temperatura e a seguir se apresentará uma relação das características típicas de sistemas ferrosos encontrados na literatura para uma posterior comparação com os dados obtidos no presente trabalho.

4.1 JUSTIFICATIVA PARA O EMPREGO DO Cu_3P

Jandeska [3,36] constatou a possibilidade de emprego do Cu_3P como aditivo ao ferro para fins de redução da temperatura de sinterização, baseando-se nos seguintes aspectos: 1-0 intermetálico Cu_3P forma um eutético de baixo ponto de fusão (715°C), conforme se

observa da figura 10; 2-Existe maior afinidade do ferro pelo fósforo do que pelo cobre, possibilitando que o fósforo migre do cobre para o ferro; 3-A dissolução do fósforo no ferro cria efeito endurecedor (conforme figura 11) e efeito ferritizante (conforme figura 12) contribuindo fortemente para a cinética de sinterização e para aumento de propriedades mecânicas; 4-Existe boa molhabilidade do líquido (eutético Cu-P) no ferro, contribuindo para o espalhamento do aditivo na matriz; 5-Existe solubilidade do ferro no cobre, possibilitando que haja difusão do ferro através da fase líquida; 6-após a migração do fósforo para a matriz, o filme residual presente (rico em cobre) possui boa utilidade, não prejudicando o alongamento do material.

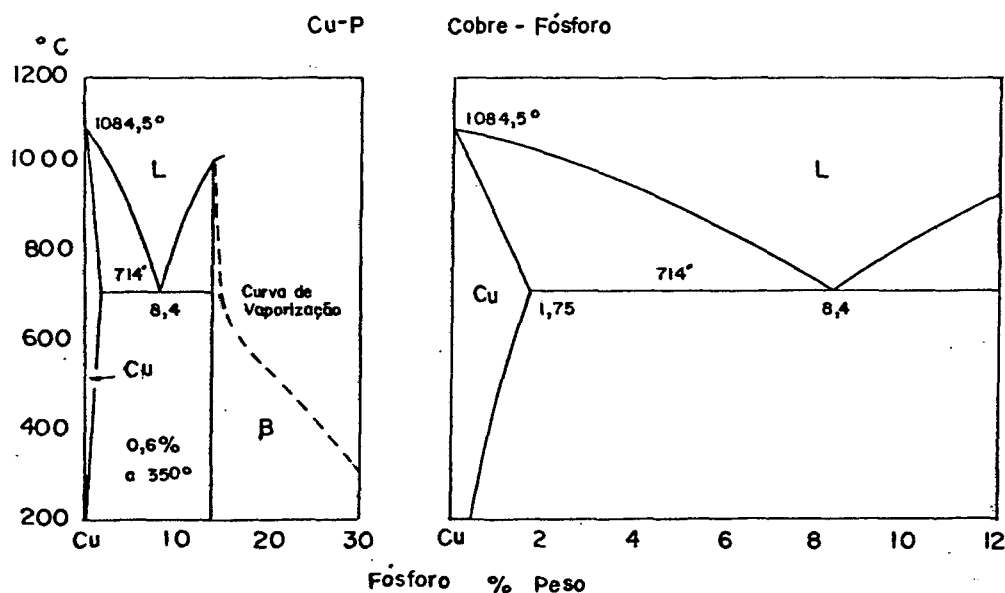


Figura 10 - Diagrama de equilíbrio cobre-fósforo [37].

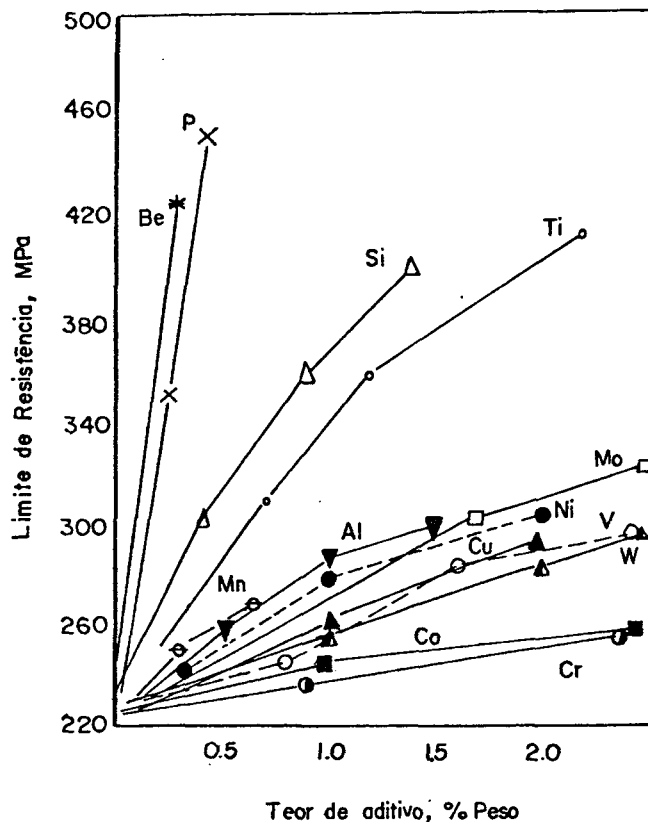


Figura 11 - Efeito endurecedor do fósforo no ferro [38].

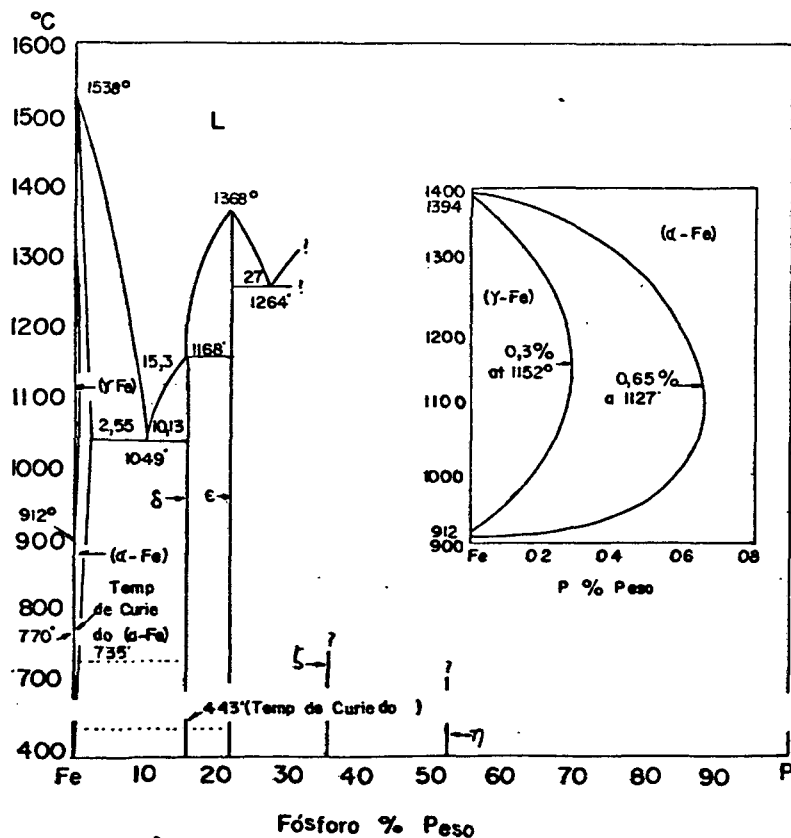


Figura 12 - Diagrama de equilíbrio ferro-fósforo [37].

4.2. PROPRIEDADES DE SISTEMAS FERROSOS TÍPICOS

Anteriormente, justificou-se a escolha do Cu_3P como ativador do processo de sinterização. A tabela 3 apresenta um conjunto de características tecnológicas de vários materiais ferrosos, sinterizados com diversos tipos de aditivos e sob diversas condições de sinterização. Observa-se que a maioria dos sistemas ferrosos estudados destinam-se à busca de aditivos que possibilitem a obtenção de propriedades mecânicas elevadas, mantendo-se a temperatura de sinterização em torno de 1150°C . Os únicos casos documentados quanto ao uso de aditivos que visem baixar a temperatura de sinterização, mantendo-se as propriedades mecânicas moderadas, consistem nos casos de uso de Cu_3P e Cu-Sn adicionados ao ferro [3,6,14,41].

Na tabela 3, nota-se também que o trabalho realizado anteriormente no LABMAT [6] não logrou obter os mesmos resultados obtidos por Jandeska. Possivelmente, a falta de informações completas sobre as condições experimentais de Jandeska e o emprego de diferentes variáveis de processo justificam tal discrepância.

Os capítulos que se seguem apresentam os resultados obtidos através da utilização do Cu_3P , visando melhorar as propriedades mecânicas obtidas por Bernardini [6], mediante baixa temperatura de sinterização.

Tabela 3 - Exemplos de sistemas ferrosos típicos sinterizados com fase líquida [3,6,14,16,25,39-41].

SISTEMA (Aditivo)	COMPOSIÇÃO (% em peso)	CICLO DE SINTERIZAÇÃO	L.R. (MPa)	A (%)
Cu-Sn	3Cu;2Sn	1000°C; 1h	300	3
	4Cu;1Sn	950°C; 20min	350	8
	1.5Cu;1Sn	950°C; 1h	177	4.1
	3Cu;2Sn	950°C; 1h	252	4.2
	2.5(60Cu-40Sn)	950°C; 1h	155	4.0
	5.0(60Cu-40Sn)	1150°C; 1h	355	7.0
Cu-P (1)	3.8Cu3P	950°C; 30min	500(2)	2
	2.2Cu3P	950°C; 30min	220(2)	5
	2.2Cu3P	1100°C; 1h	270(2)	7
Cu-P (3)	2.5Cu3P	950°C; 40min	170	1.5
	3.0Cu3P	950°C; 40min	240	4.0
	5.0Cu3P	950°C; 40min	260	1.0
Ni-P	3Ni;0.5P	1120°C; 45min	300	14
Mn-Sn	1Mn;2Sn	1100°C; --	300	8
	1Mn;0.25Sn	1150°C; 1h	200	12
	4Mn;0.5Sn	1150°C; 1h	305	6
	4Mn;1Sn	1150°C; 1h	395	6
Ni-Sn	1Ni;4Sn	1150°C; 1h	260	5
Mn	4Mn	1120°C; 3h	850	4
B-Ni	1.1B;8Ni	1100°C; 1h	390	2
Cu	8Cu	1100°C; 3h	430	20
Cu-C	2Cu;0.8C	1175°C; 30min	500	1
Mo-B	4Mo;1.1B	1200°C; 1h	500	0
Ni-B	8Ni;1.1B	1100°C; 1h	390	2
C-P	0.7C;0.5P	1120°C; 1h	480	3
Mo-Ni-P- -C-B	3Mo;4Ni;0.1P; 0.1C;0.2B	1185°C; 1h	720	4
Si-Mn-C	1.4Si;3.2Mn; 0.25C	1180°C; 1h	900	2

(1) dados de Jandeska [3]

(2) Limite de Escoamento (MPa)

(3) dados de Bernardini [6]

CAPÍTULO 5

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental adotado visou estabelecer os efeitos das adições de Cu_3P , da temperatura de sinterização, do tempo de sinterização, da atmosfera de sinterização e da granulometria utilizada, na resistência mecânica, no alongamento e na variação dimensional em compactados de ferro.

As etapas envolvidas nos experimentos são descritas a seguir.

5.1. MATÉRIAS PRIMAS

Utilizou-se de pó de ferro de alta compressibilidade, tipo Höganäs ASC 100.29. A distribuição granulométrica do mesmo foi verificada segundo a norma ISO/DIS 4497 [42].

O Cu_3P foi adquirido na forma de tabletes, sendo que o mesmo foi utilizado, após cominuição mecânica, com granulometria na faixa de 10 a 12 microns. Tal granulometria foi obtida após sucessivas moagens em moinho mortar e decantações em álcool. O pó foi posteriormente analisado através de microscopia ótica e por analisador de imagens (OMNIMET II).

5.2. MISTURA DOS PÓS

As misturas foram efetuadas com quantidades variáveis de Cu₃P (entre 1,25% e 12,5%) e adição de 0,5% de lubrificante sólido (estearato de zinco) em misturador tipo "Y", contendo esferas de aço 52100, de 4 mm de diâmetro, para a fragmentação dos aglomerados. O tempo de mistura foi de 1 hora a 30 r.p.m.

5.3. COMPACTAÇÃO

A etapa de compactação envolveu a confecção de dois diferentes tipos de corpos de prova com a finalidade de determinar:

a)-Compressibilidade do pó de ferro

A compressibilidade do pó de ferro foi determinada de acordo com a norma ISO 3927 - 1977 [42], alterando-se as dimensões básicas para 50,05mm X 10,05mm, em função das dimensões da matriz disponível.

A densidade a verde foi determinada nas pressões de 300, 400, 500 e 600 MPa, resultando em uma curva pressão de compactação [MPa] por % da densidade teórica para os teores de 0,5% e 1,0% de estearato de zinco. Para a densidade teórica do ferro foi utilizado o valor de 7,87 g/cm³ [43].

A compactação foi realizada em uma máquina de ensaio WPM com capacidade de 300 KN, de acionamento hidráulico.

b)-Propriedades mecânicas e precisão dimensional

Para a determinação das propriedades mecânicas e da precisão dimensional, foram compactados corpos de prova, tipo cotonete, em matriz de duplo efeito, segundo a norma ISO 2740 [42] a 550 MPa. Mediu-se seu comprimento e sua largura, com micrômetro, para posterior avaliação das variações dimensionais. Os valores das médias e desvios padrão das amostras (σ_{n-1}) estão listados nos anexos.

A compactação foi realizada na máquina de ensaios WPM, descrita anteriormente e as propriedades mecânicas foram avaliadas em máquina de tração WOLPERT.

5.4. SINTERIZAÇÃO

5.4.1. PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO

A sinterização foi conduzida em uma câmara de aço inox AISI 310, acoplável a um forno tubular, adaptado com controlador eletrônico de processos μ CP, possuindo ainda sistema PID de sintonia automática de temperatura (figura 13).

Foram efetuados ensaios preliminares para determinar o perfil térmico do forno, e obteve-se no fundo do mesmo um comprimento útil de 12cm, onde a variação do perfil térmico era de $\pm 5^{\circ}\text{C}$, quando o forno estava em regime. O número de corpos de prova de tração sinterizados em cada lote foi de 12, ocupando 9 cm do comprimento útil do forno.

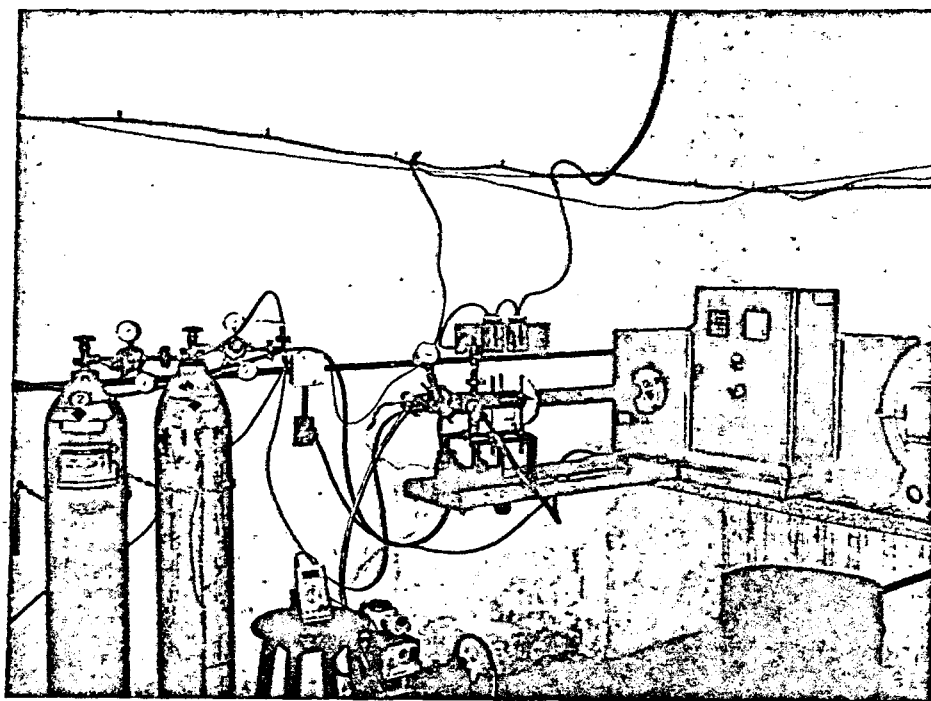


Figura 13 - Câmara e demais acessórios utilizados na sinterização.

A medição da temperatura foi realizada utilizando-se um termopar cromel-alumel, acoplado a um multímetro digital de 4 1/2 dígitos, com resolução de 10 μ V.

A extração do lubrificante sólido foi feita a 500°C, por 10 minutos, sob um fluxo alto de hidrogênio pré-purificado. A taxa de aquecimento foi de 20 °C/min. Após a extração do lubrificante, o forno foi aquecido com taxa de 42 °C/min até a temperatura de sinterização sob fluxo de hidrogênio pré-purificado. A temperatura e o tempo de sinterização variaram de 870 °C a 1100°C e 30 minutos a 2 horas, respectivamente, visando determinar a influência destes parâmetros nas propriedades analisadas.

Terminado o ciclo de sinterização, a câmara contendo as amostras foi retirada do forno, permitindo-se o resfriamento ao ar até a temperatura ambiente, sob atmosfera estanque de hidrogênio pré-purificado. A taxa de resfriamento obtida foi de aproximadamente $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

O controlador da temperatura de sinterização (PID) permitia manter o valor desejado para o forno dentro de uma faixa de variação de $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Na maioria dos casos foi possível controlar a temperatura de sinterização (na câmara/via multímetro) ao longo da região do corpo de prova (9cm), enquanto no patamar isotérmico, dentro de uma faixa de variação de $\pm 4^{\circ}\text{C}$.

5.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS (RESISTÊNCIA E ALONGAMENTO)

As propriedades de tração (tensão de ruptura e alongamento), foram medidos segundo a norma ISO 82-1974 [42], numa máquina universal de ensaios marca Wolpert, modelo Testatron, de acionamento mecânico e capacidade de carga de 100 kN. Para a avaliação do alongamento, os corpos de prova tracionados foram medidos sobre uma superfície plana com micrômetro e a base de medida do alongamento foi de 25mm do comprimento útil do corpo de prova.

5.6 PROPRIEDADES FÍSICAS

5.6.1 DENSIDADE

A densidade foi determinada pelo Princípio de Arquimedes, tendo como base a norma ISO 2738-1973 [42],

utilizando-se uma balança analítica de precisão com resolução de 0,1 mg. Os corpos de prova, antes de serem pesados em água destilada (líquido de referência), foram impregnados com parafina fundida. Os cálculos das densidades foram realizadas de acordo com a equação :

$$\rho = \frac{m_1 \times \rho_2}{m_2 - m_3}$$

ρ = densidade obtida

m_1 = massa da amostra no ar

m_2 = massa da amostra no ar após impregnação

m_3 = massa aparente da amostra em água após impregnação

ρ_2 = densidade da água, que pode ser assumida como 0,997 g/cm³.

5.6.2 VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Para a avaliação da precisão dimensional, segundo a norma ISO 4492 [42], utilizou-se de micrômetro, onde mediu-se o comprimento e a largura em média de três cotonetes para cada condição. Para efeito da avaliação tanto da relaxação após compactação ("Springback") como da variação dimensional total (isto é, comprimento após sinterização menos o comprimento da cavidade da matriz) utilizou-se como base de medida o tamanho da cavidade da matriz, o qual foi medido em máquina de medir por coordenadas.

5.7 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A caracterização microestrutural da liga foi efetuada por microscopia ótica, para a análise qualitativa de poros e fases presentes, e por microscopia eletrônica de varredura, equipada com espectômetro de energia dispersiva, para a análise de composição química.

5.7.1 MICROSCOPIA ÓTICA

A análise microestrutural foi realizada em microscópio ótico marca NEOPHOT 30, em amostras de pó da liga e em amostras sinterizadas, após embutimento em resina, lixamento e polimento. Para a revelação das fases presentes no material foram utilizados ataques químicos (nital 5%) e luz polarizada.

5.7.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

A composição química do Cu_3P e das fases presentes na liga, após a sinterização, foi determinada com um espectômetro de energia dispersiva, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura.

CAPÍTULO 6

RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1.-CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

6.1.1.-ANÁLISE QUÍMICA E DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

A análise química do Cuap apresentou 16% em fósforo e 84% em cobre.

A distribuição granulométrica do pó de ferro foi obtida por peneiramento e é apresentada na tabela 4.

Tabela 4 - Distribuição granulométrica do pó de ferro.

GRANULOMETRIA [μm]	DISTRIBUIÇÃO [%]	DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA [%]
d>150	7,46	7,46
150>d>90	29,28	36,74
90>d>75	13,27	50,01
75>d>63	12,54	62,55
63>d>53	7,06	69,61
53>d>45	10,59	80,20
d>45	19,71	99,91
TOTAL	99,91	
PERDA	0,09	

Análise química: carbono - máx. 0,01 [43]
hidrogênio - máx. 0,15 [43]

A distribuição granulométrica do Cu_3P moído foi realizada por análise quantitativa, via microscopia ótica (medição individual do tamanho de 100 partículas). A fim de se verificar a validade do método, confrontou-se os resultados com os obtidos via analisador de imagens (OMNIMET II disponível na EMBRACO) para 250 partículas.

A confrontação dos resultados revelou precisão satisfatória do método ótico, possibilitando o emprego dessa técnica (disponível no LABMAT).

Tabela 5 - Distribuição granulométrica do Cu_3P moído.

GRANULOMETRIA [μm]	DISTRIBUIÇÃO [%]	DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA [%]
0 - 2	11	11
2 - 4	28	39
4 - 8	18	57
8 - 16	29	86
16 - 32	14	100

Análise química: fósforo - 16%
 cobre - 84%

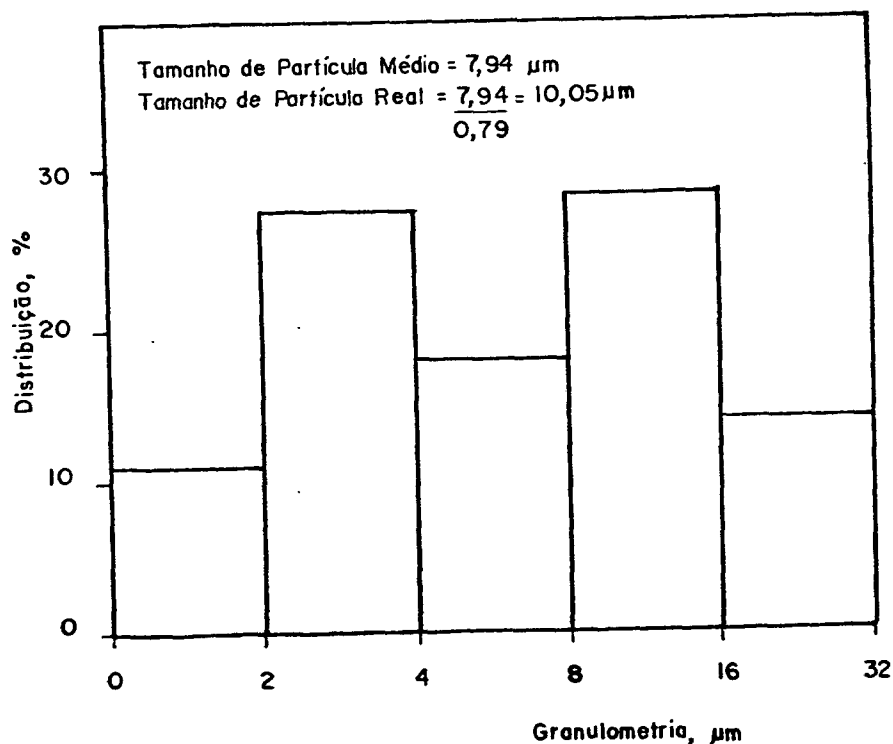


Figura 14 - Gráfico da distribuição granulométrica do Cu_3P moído.

O tamanho de partículas, bem como a morfologia do pó de Cu_3P moído por 9 1/2 horas em moinho mortar podem ser visualizados na figura 15.

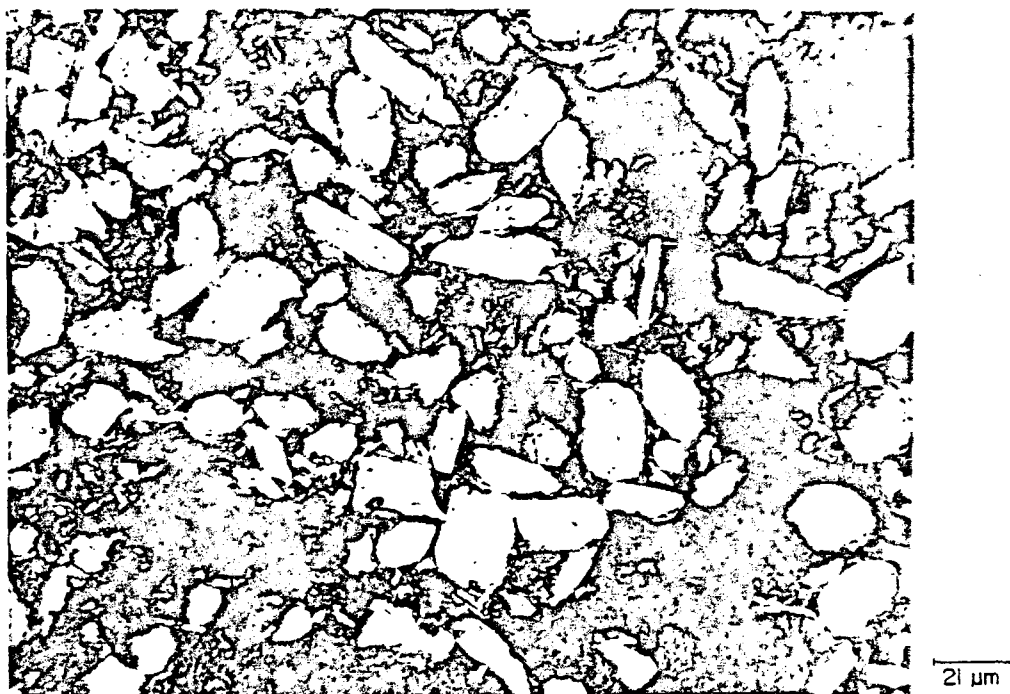


Figura 15 - Forma e distribuição das partículas de Cu_3P .

6.1.2.-COMPRESSIBILIDADE DO PÓ DE FERRO

A compressibilidade do pó de ferro foi medida através da média de três corpos de prova cilíndricos, sendo que a densidade foi avaliada pelos métodos de Arquimedes e geométrico, onde se observou basicamente os mesmos resultados. Observou-se ainda boa concordância com os dados fornecidos pelo fabricante [43].

A figura 16 apresenta a curva de compressibilidade do pó de ferro com adições de 0,5 e 1,0% de lubrificante sólido (estearato de zinco).

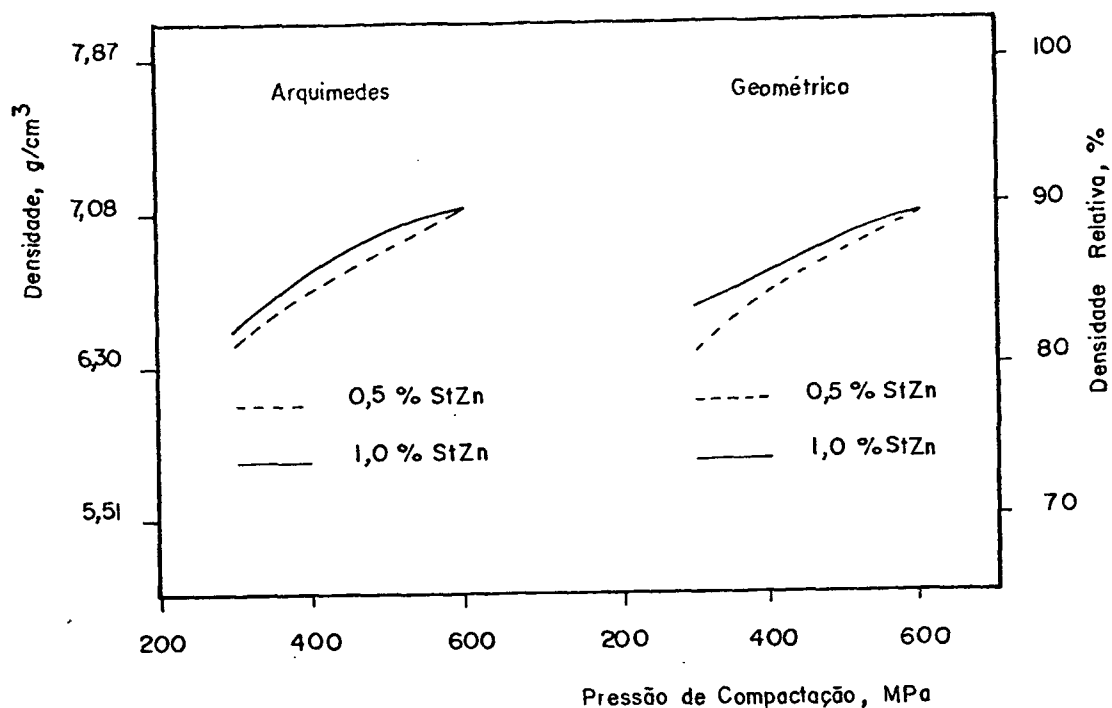


Figura 16 - Curva de compressibilidade do pó de ferro com 0,5 e 1,0% de lubrificante (estearato de zinco).

Baseando-se na curva acima, optou-se por trabalhar com uma pressão de compactação de 550 MPa e teor de lubrificante de 0,5%, já que este teor mostrou-se suficiente para uma boa extração do compactado da matriz.

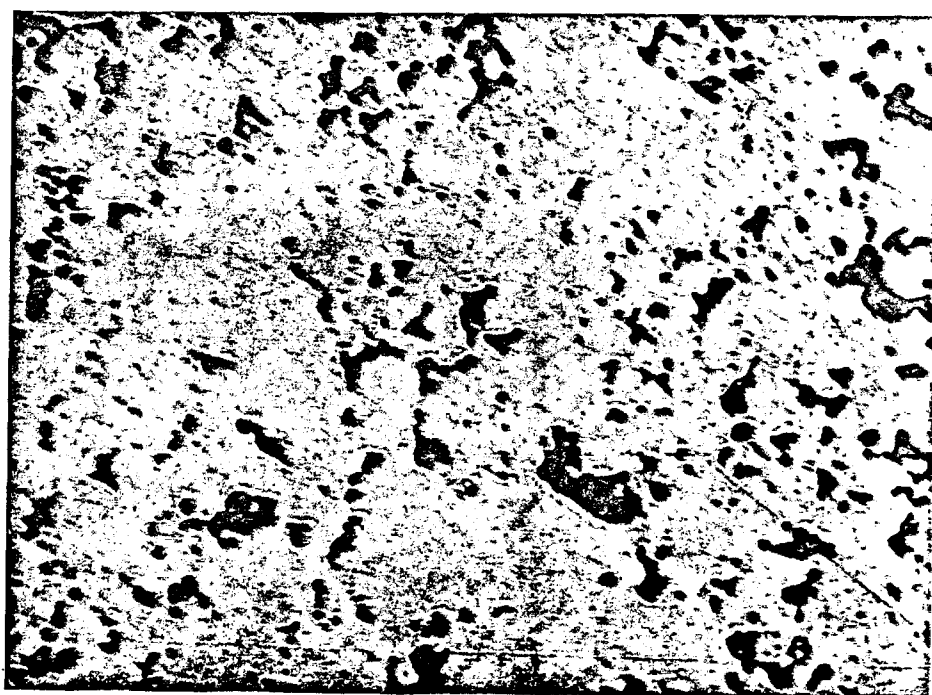
6.2-INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E PERCENTUAL DE ADITIVO (Cu_3P) NA MICROESTRUTURA, PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL.

6.2.1.-ASPECTOS MICROESTRUTURAIS

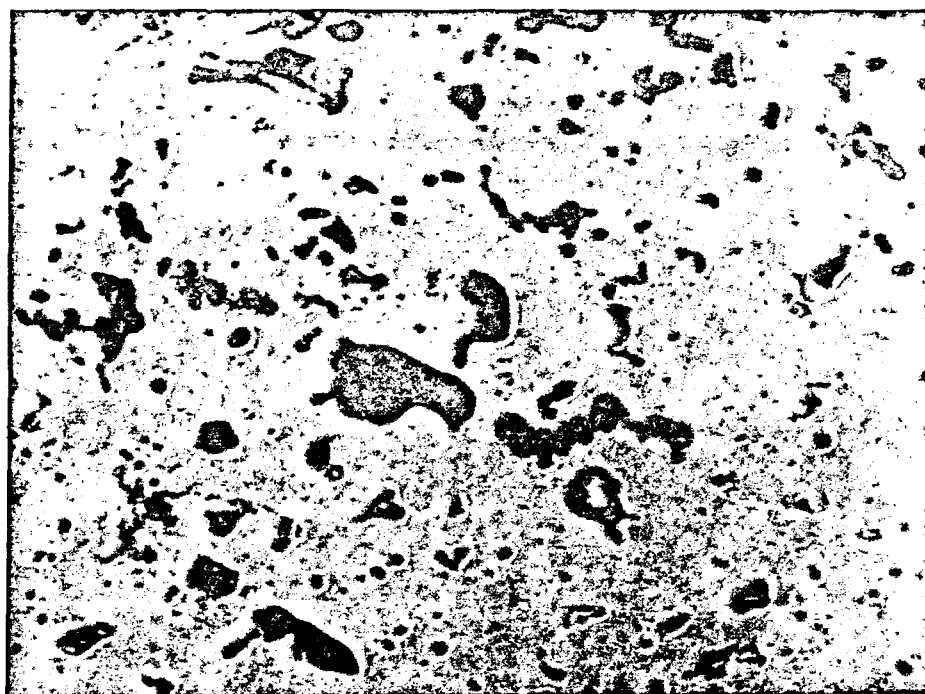
a)-Porosidade secundária

Ao se variar a temperatura de sinterização entre 800 e 1100°C e o percentual de aditivo entre 1,25 e 12% de Cu_3P , verificou-se a presença de porosidade secundária na matriz para todos os casos. A figura 17 ilustra a ausência de tal porosidade no ferro puro e a presença da mesma nas amostras com 6 e 12% de Cu_3P .

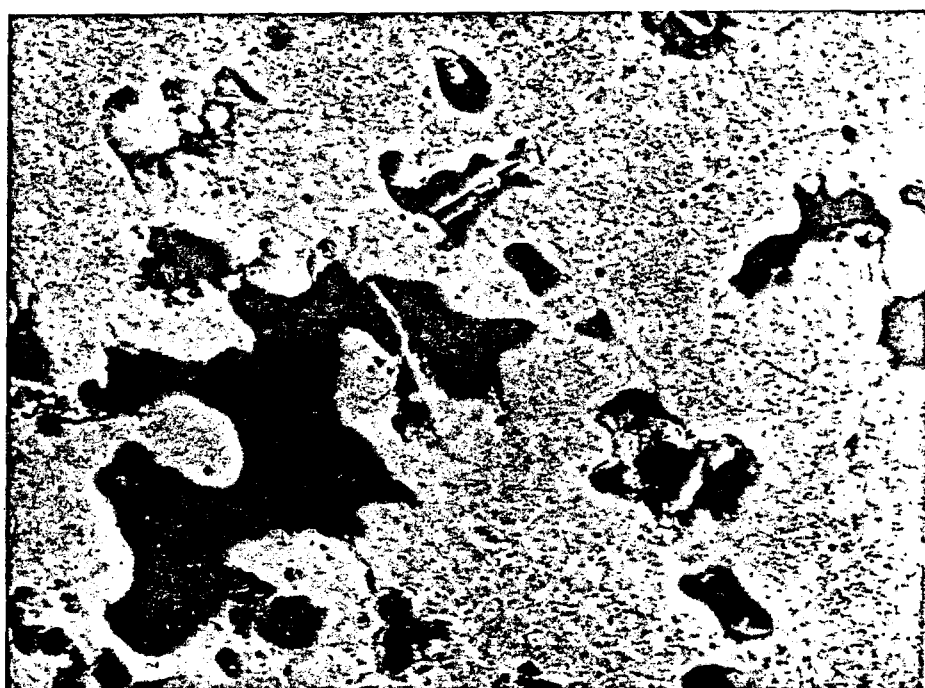
Por outro lado, constatou-se que ao se aumentar o teor de Cu_3P de 1,25 para 12%, obteve-se maior tamanho e menor número de poros, conforme a figura 17a. e b. A densidade do material permaneceu na faixa de 6,9-7,0 g/cm³ para as diversas temperaturas de sinterização e teores de aditivo empregados. Isto sugere um volume de poros constante para as diversas amostras e converge com o fato de se ter um aumento do tamanho e diminuição do número de poros com o aumento do teor de Cu_3P .



(a)



(b)



(c)

Figura 17 - Aspecto da microestrutura quanto à porosidade
(1100°C, 1h). Aumento 300X.

a - sem Cu_3P b - 6% Cu_3P c - 12% Cu_3P

b)-Cobre não dissolvido na matriz

Nas temperaturas e percentuais de aditivos estudadas, constatou-se, em algumas amostras, a presença de uma fase rica em cobre não dissolvido na matriz, resultante do portador, conforme figura 17c.

Apesar de não se dispor do diagrama de equilíbrio de fases Fe-Cu-P e de não se ter efetuado um estudo específico para detectar em qual temperatura e percentual de aditivo ocorre a solubilização completa do cobre, pode-se constatar uma tendência para a total dissolução quando se utiliza de temperatura de sinterização mais alta ou baixo percentual de aditivo (1030°C e 2,0% de Cu_3P).

c)-Presença de precipitados

Em todas as amostras constatou-se a presença de precipitados na matriz, conforme exemplifica a figura 18.

Tais precipitados, provavelmente são formados por composto a base de Fe, Cu e P conforme estudos de Jandeska [3,36].

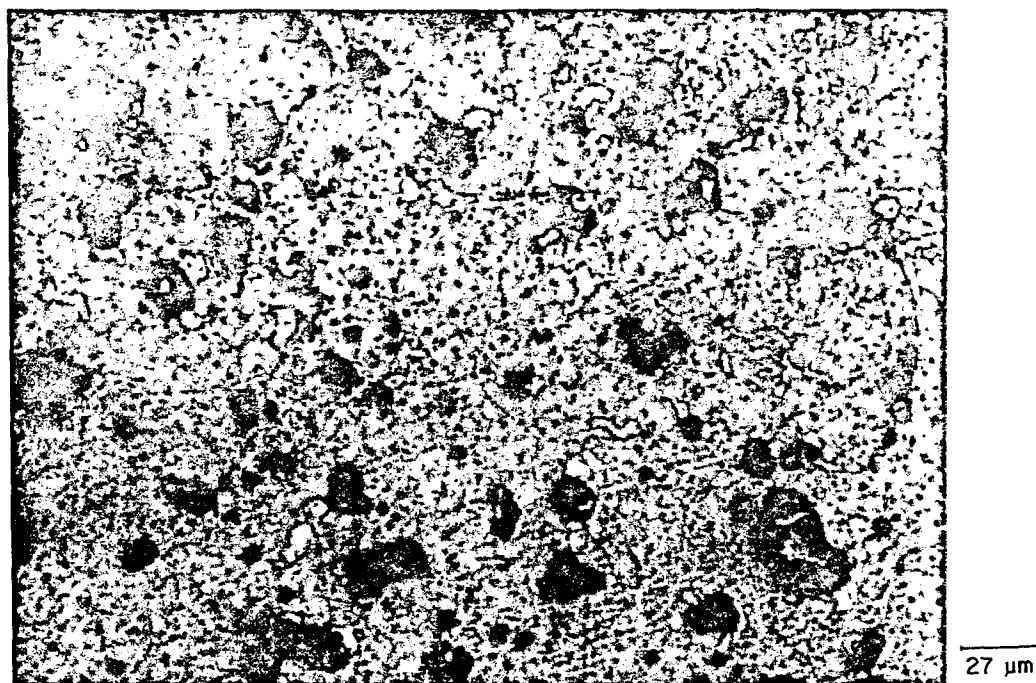


Figura 18 - Presença de precipitados na matriz em material com 8,75% Cu_3P (1030°C , 1h). Aumento: 375 X. Ataque: nital 5%.

6.2.2.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

a)-Resistência

Os resultados quanto ao limite de resistência obtidos em função da quantidade de Cu_3P adicionado, para as diversas temperaturas, encontram-se na figura 19.

Constata-se que o limite de resistência elevou-se com o aumento da quantidade de aditivo até 9% de Cu_3P , e decaiu para adições acima de 9 e até 12% de Cu_3P . Tal tendência é verificada para as diversas temperaturas utilizadas.

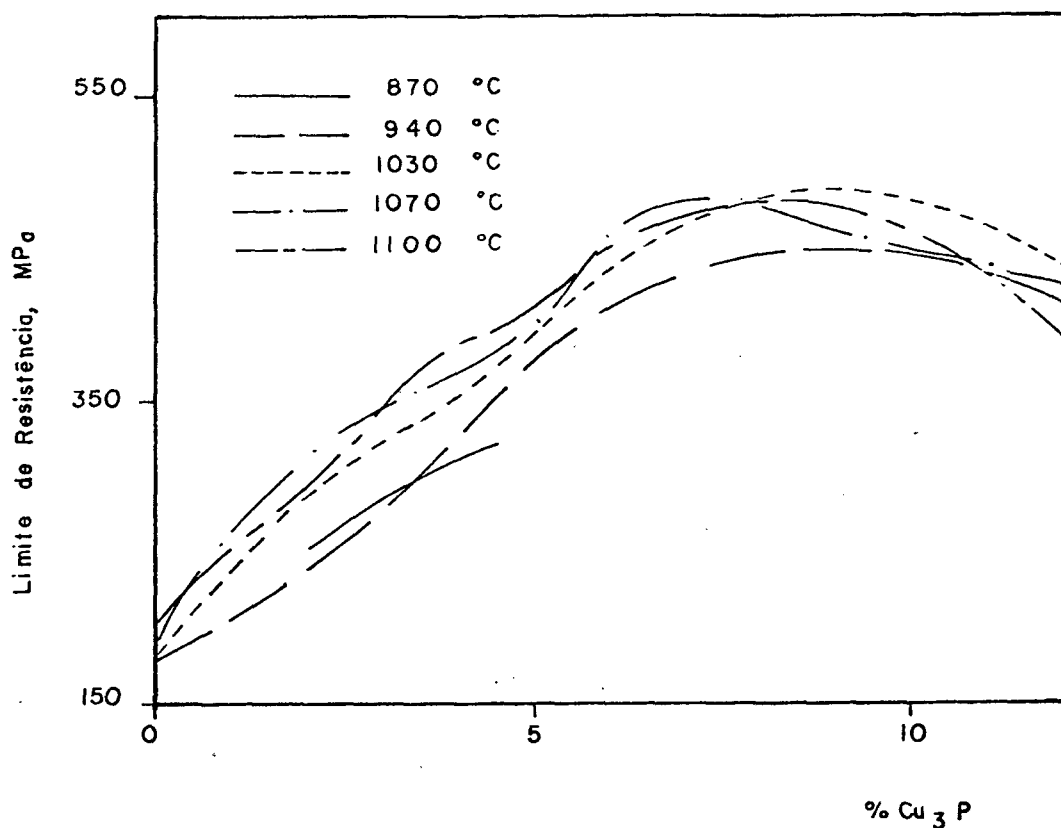


Figura 19 - Resultados quanto à influência da temperatura de sinterização e do teor de aditivo no limite de resistência ($T_s = 1h$).

O aumento da resistência, com a quantidade de aditivo, tem explicação no aumento do efeito de endurecimento (por solução sólida e por precipitação). Uma vez que a porosidade se manteve relativamente constante em todas as amostras (conforme item 6.2.1.a.), estima-se que a variação do tamanho e número de poros tenha menor influência que o efeito endurecedor. Ainda na figura 19, constata-se que a resistência não é significativamente alterada

entre as temperaturas de 1030 a 1100 °C ou entre 870 e 940 °C. Tal comportamento, possivelmente, se deve ao surgimento de austenita em temperaturas acima de 910 °C, formando uma estrutura com austenita e ferrita (esta devido ao efeito estabilizador do fósforo acima de 910 °C) durante a sinterização. Como o coeficiente de autodifusão do ferro na austenita é cerca de 100 vezes menor que na ferrita, haveria a necessidade de um aumento pronunciado da temperatura (por exemplo, de 910 para 1030 °C) a fim de que o coeficiente de difusão fosse sensivelmente superior.

Cabe notar que, para a obtenção de 300 MPa de resistência, basta uma adição de 2% de Cu_3P em temperaturas acima de 1030 °C ou de 3,5% de Cu_3P em temperaturas de sinterização entre 870 e 940 °C.

b)-Alongamento

Na figura 20 tem-se os resultados obtidos quanto à influência do teor de aditivo e da temperatura no alongamento.

Nesta figura, constata-se uma tendência decrescente do alongamento com o aumento do teor de Cu_3P , resultante principalmente do efeito endurecedor (por solução sólida e por precipitação) e de forma menos significativa, da variação do tamanho e número de poros.

Observa-se ainda que na temperatura de 870 °C obteve-se alongamentos superiores àqueles obtidos em 940 a 1030 °C, sendo que os valores mais baixos foram obtidos para 940 °C. Possivelmente este aspecto está mais fortemente relacionado com a eventual presença de austenita em temperaturas acima de 910 °C, possibilitando maior solubilidade para o cobre com a consequente

queda de ductilidade devido ao efeito endurecedor (por solução sólida e por precipitação).

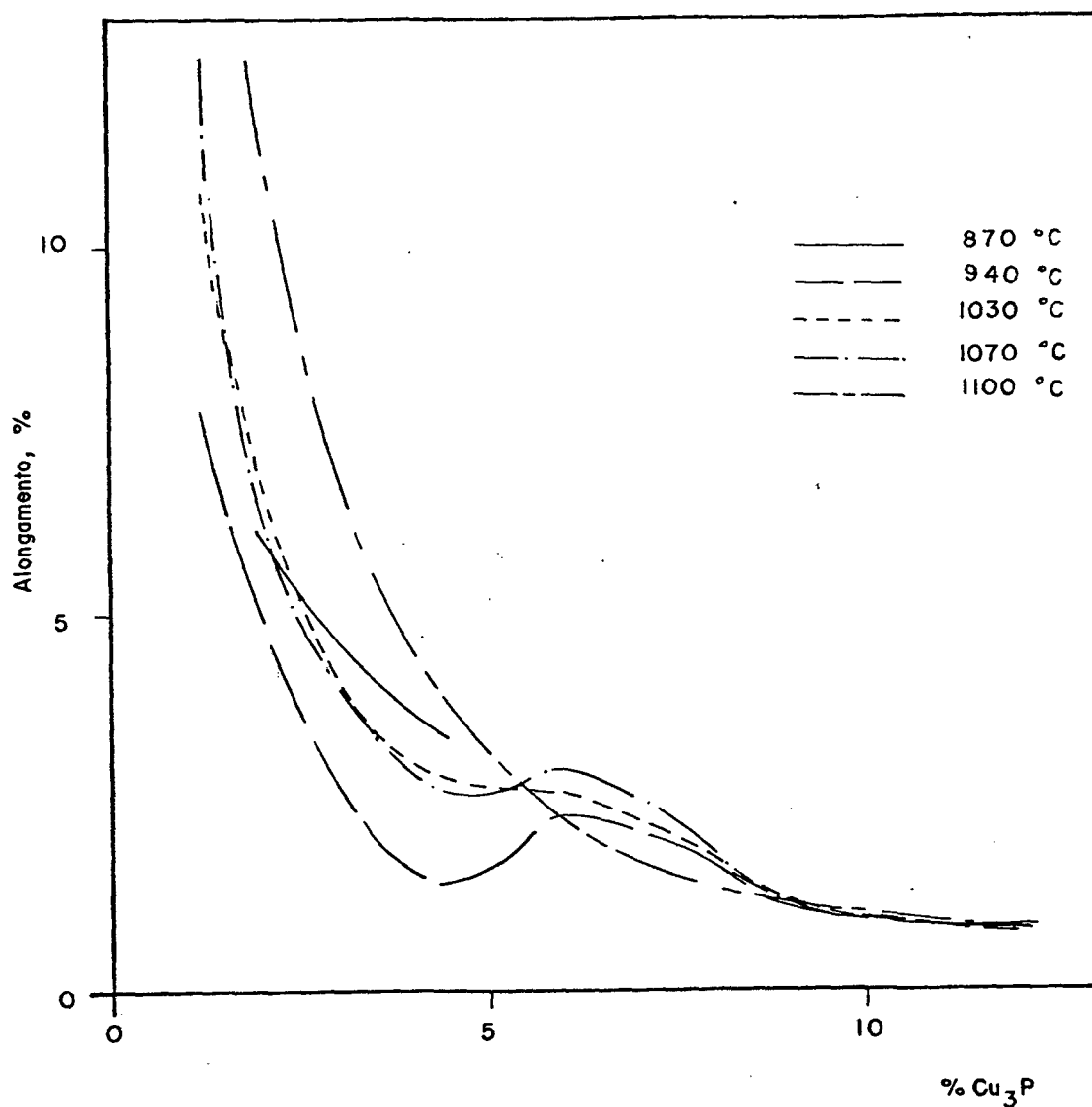


Figura 20 - Resultados quanto à influência da temperatura de sinterização e do teor de aditivo no alongamento ($T_s = 1h$).

Outra tendência constatada foi a elevação do alongamento ao se elevar o teor de aditivo de 4.5% a 6.0% de Cu_3P nas

temperaturas de 940 a 1070 °C. Aparentemente este aspecto pode ser também correlacionado com a maior presença de ferrita (para uma mesma temperatura e maior teor de aditivo), resultando em menor solubilidade para o cobre e uma melhor sinterização face a estabilização da ferrita (maior coeficiente de autodifusão do ferro).

Considerando-se que o alongamento mínimo aceitável seja de 4% para as aplicações convencionais, o teor máximo de aditivo estaria limitado a 4,5% de Cu_3P para a temperatura de 1100 °C.

Os dados das figuras 19 e 20 permitem estabelecer que para se obter um limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4% (valores suficientes para a maioria das aplicações industriais) pode-se empregar 3,5% Cu_3P com temperatura de 870 °C ou pode-se empregar apenas 2,0% Cu_3P com temperatura de sinterização de 1030 °C.

Em ambos os casos há considerável redução da temperatura em relação aos valores convencionais (1120 a 1150 °C), possibilitando maior competitividade do processo.

Os níveis de resistência e alongamento obtidos situam-se abaixo daqueles documentados na literatura [3,36], apesar de se ter empregado tempo maior de sinterização. Por outro lado, a ausência de dados de densidade e da exata natureza (composição) do Cu_3P utilizado por Jandeska [3,36] não permite maiores comparações.

c)-Variação dimensional

A variação dimensional longitudinal, isto é, no sentido do comprimento (89 mm) do corpo de prova de tração, foi avaliada em relação à cavidade da matriz. Na figura 21, tem-se os resultados

obtidos quanto à relaxação após compactação ("springback"), a qual apresentou um desvio padrão no máximo de 2% em relação a média (12 corpos de prova por condição), e as variações dimensionais totais (isto é, comprimento após sinterização menos o comprimento da cavidade da matriz).

Nesta figura, observa-se que a relaxação tende a aumentar com o aumento do teor de aditivo. Tal fato era de se esperar pois o aditivo, por ser duro, tende a aumentar a resistência à compactação. Na faixa de 2 a 7% de aditivo tem-se inchamento, em relação ao compactado verde, durante a sinterização, para as temperaturas mais elevadas (1070 e 1100 °C).

Considerando que os valores típicos de aditivos (do ponto de vista de resistência e alongamento) para aplicação industrial encontram-se entre 2 a 3,5 % Cu_3P , obter-se-ia a menor variação dimensional, em relação à cavidade da matriz, cerca de 120 a 150 microns para uma temperatura de 870 °C. Tal variação corresponde a 0,13 a 0,17%.

Os dados para a variação dimensional total transversal, isto é, no sentido da largura do corpo de prova (5 mm) são apresentados no anexo iv. Observa-se que a relaxação transversal, após a compactação, não é influenciada pelo teor de aditivo, contrariamente ao esperado. Tal aspecto merece estudos mais detalhados.

Observou-se que houve uma concordância dos valores obtidos para a relaxação do corpo de prova da matriz ("springback"), média de 12 corpos de prova, e a variação dimensional total (comprimento do corpo de prova sinterizado em relação à cavidade da matriz). Constatou-se ainda, que o desvio

padrão para o "springback" manteve-se na faixa de 2% em relação a média obtida para cada composição, e a variação dimensional total apresentou no máximo um desvio e 6% em relação a média (3 corpos de prova), sendo que em alguns casos obteve-se desvio padrão nulo.

A variação dimensional transversal obtida foi na faixa de 100 microns. Tal variação corresponde a 1,9%, sendo superior àquela obtida no sentido longitudinal (0,13 a 0,17%).

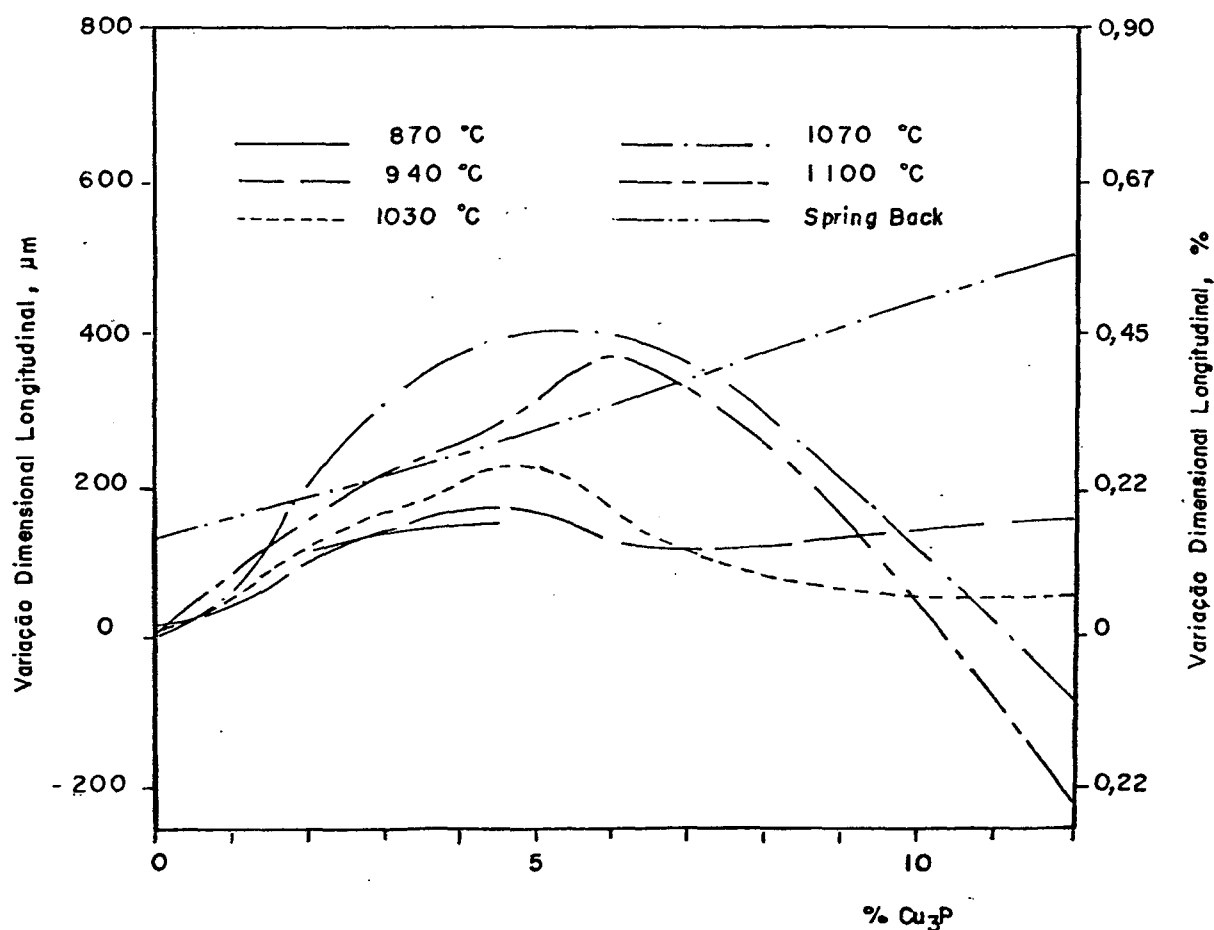


Figura 21 - Resultados quanto à influência da temperatura de sinterização e do teor e aditivo na variação dimensional ($T_s = 1h$).

Em resumo, constatou-se que para se atingir os objetivos propostos (300 MPa de limite de resistência e 4% de alongamento), é necessário o emprego de 870 °C com 3,5% de Cu_3P ou 1030 °C com 2,0% de Cu_3P , ambos com 1 hora de sinterização.

A partir de tais resultados, avaliar-se-á a influência do tempo de sinterização, granulometria do aditivo e atmosfera de sinterização nas condições acima estudadas, e ainda para avaliar-se a influência do tempo de sinterização utilizar-se-á de mais uma composição (4,5% de Cu_3P) para fins didáticos.

6.3.-INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA, PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

6.3.1.-ASPECTOS MICROESTRUTURAIS

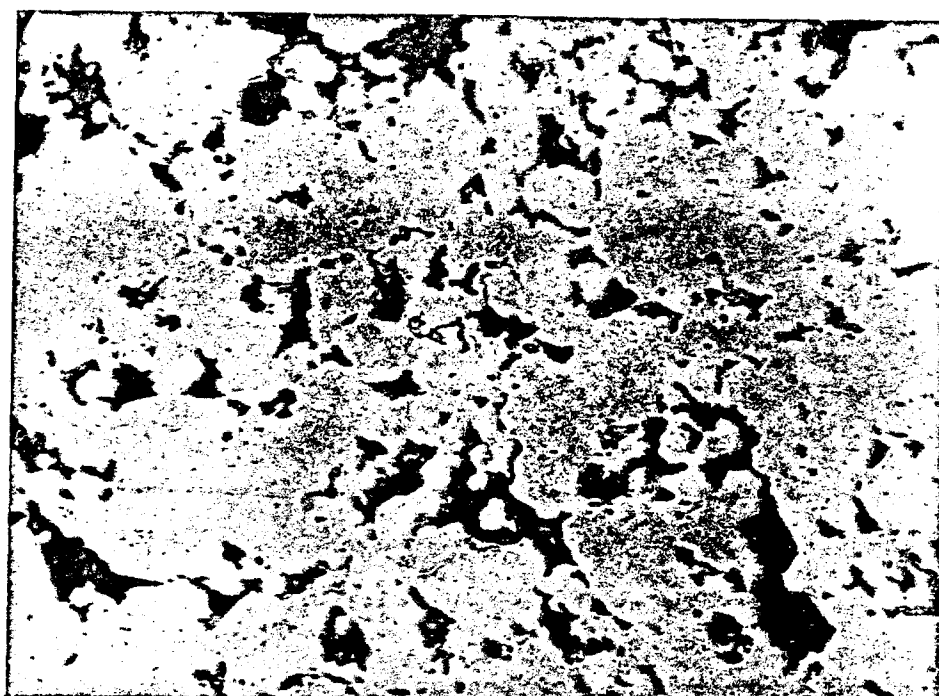
a)-Porosidade secundária

Para a sequência de tempos crescentes de sinterização utilizados (30 minutos, 1 e 2 horas), observa-se pela figura 22 que com o aumento do tempo de sinterização tem-se um melhor arredondamento da porosidade.

Observou-se ainda que a porosidade não diminuiu, de modo significativo, com o tempo, tanto para 870 °C e 3,5% de Cu_3P , como para 1030 °C e 2,0% de Cu_3P , visto que a densidade se manteve aproximadamente constante em torno de 7,0 g/cm³ para todos os tempos utilizados. Isto sugere que a cinética é baixa para tempos maiores que 30 minutos. Esse fato é coerente com o mecanismo de sinterização com fase líquida permanente e, especialmente, sinterização com fase líquida transiente (onde a presença de fase

líquida tem forte influência nos minutos iniciais da sinterização).

Para tempos maiores que 30 minutos, a difusão no estado sólido estaria governando o processo, resultando apenas em arredondamento dos poros.



(a)

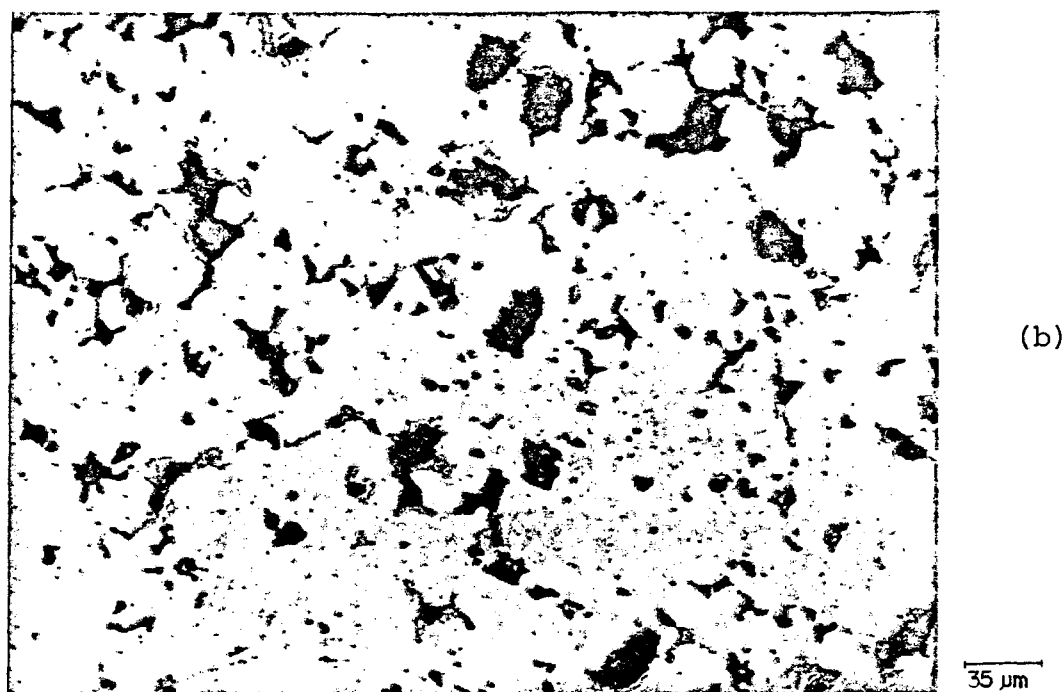


Figura 22 - Aspecto da microestrutura quanto à porosidade com o tempo de sinterização. (870°C , 3,5% de Cu_3P). Aumento 300X.

a - 30 minutos

b - 2 horas

b)-Cobre não dissolvido na matriz

Ainda pela figura 22, observou-se cobre não dissolvido na matriz para todos os tempos em 870°C , sugerindo que se ultrapassou o limite de solubilidade para o cobre na ferrita, ou que a cinética foi insuficiente (mesmo para tempo de 2 horas). Por outro lado, não se observou cobre não dissolvido na matriz para 1030°C e 2,0% de aditivo, conforme figura 23, sugerindo que houve presença de austenita (já que esta possibilita maior solubilidade para o cobre)

e/ou que houve tempo suficiente para total solubilização (devido ao menor percentual de aditivo e maior temperatura empregadas).

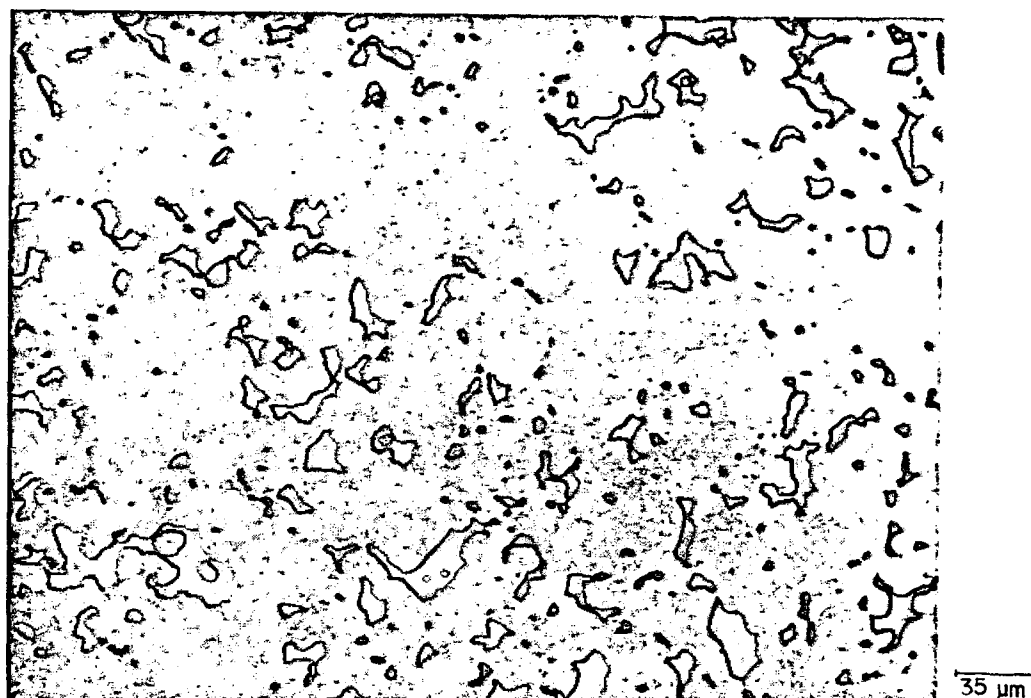


Figura 23 - Microestrutura mostrando a total dissolução do cobre na matriz. (1030 °C, 2 hs e 2,0% de Cu_3P). Aumento 300X.

c)-Fase Clara (Fe_3P)

Constatou-se, conforme figura 24a, a presença de uma fase clara (provavelmente Fe_3P) ao redor dos poros para a temperatura de 870°C e 3,5% de Cu_3P . Essa fase clara está presente nas amostras sinterizadas nos diversos tempos estudados. Fato curioso é que para todos os tempos em 1030°C e 2,0% de Cu_3P (figura 24b) essa fase clara não esteve presente, sugerindo que temperaturas mais elevadas e menor quantidade de fósforo a ser difundido possibilitam a dissolução do Fe_3P , eventualmente formado ao redor dos poros.



(a)



(b)

Figura 24 - Aspecto da microestrutura quanto à presença de fase clara (Fe_3P). ($t_s=30\ \text{min}$). Aumento: 300X. Ataque: Nital 5%.

a - $870^\circ\text{C}/3,5\%$ de Cu_3P

b - $1030^\circ\text{C}/2,0\%$ de Cu_3P

d)-Precipitados

A figura 24a sugere a existência de uma fase azul clara na microestrutura. Pela figura 25 (figura 24a, com maior aumento), observa-se que não se trata de uma fase e sim de um gradiente de ataque químico devido provavelmente, à formação de precipitados a base de Fe-Cu-P ao redor dos poros, onde se tinha a partícula original de Cu_3P [3,36].



Figura 25 - Micrografia mostrando detalhe da zona azul clara, Fe_3P e cobre não dissolvido. (870 °C, 3,5% de Cu_3P e 30 min.). Aumento: 1400X. Ataque: Nital 5%.

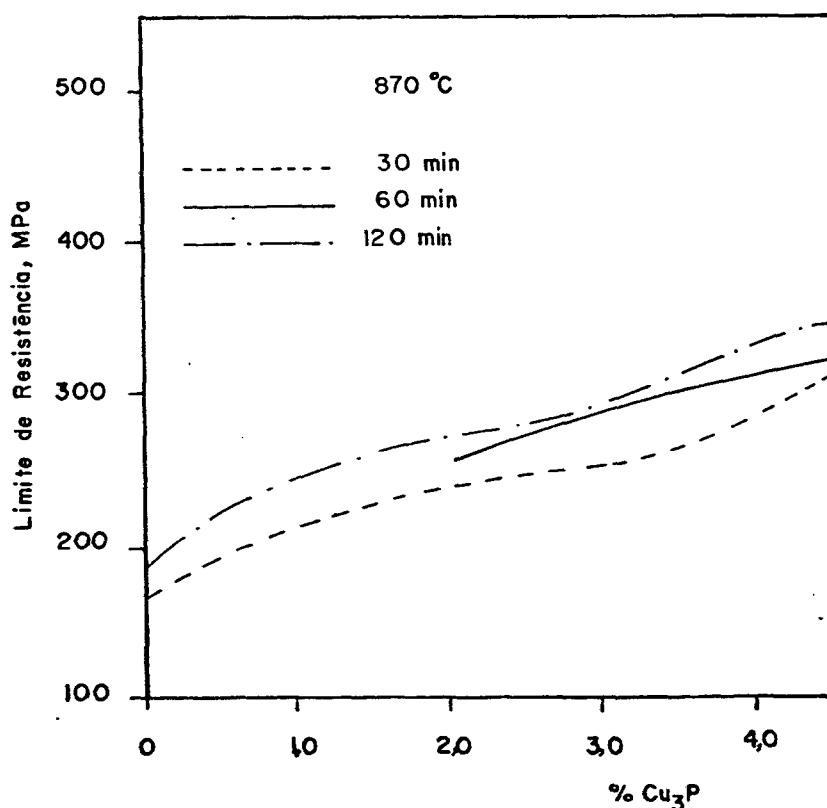
A figura 25 ainda apresenta um detalhe do poro secundário (formado pela fusão do Cu_3P), da fase clara Fe_3P (ao redor do poro) e da presença de cobre não dissolvido (fase amarelada).

6.3.2.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

a)-Resistência

Os resultados quanto ao limite de resistência obtidos em função do tempo de sinterização para as temperaturas de 870 e 1030°C e teores de 2,0; 3,5; 4,5% de aditivo encontram-se na figura 26.

Observou-se que, tanto para 870°C, como para 1030°C, a resistência aumentou com a elevação do tempo e do percentual de aditivo. O fato da resistência aumentar com a elevação do tempo de sinterização, deve-se ao maior endurecimento da matriz pelos elementos ligantes (efeito principal) e também à melhoria da morfologia dos poros (figura 22), visto que a densidade se manteve praticamente constante (7,0 g/cm³) para todos os casos.



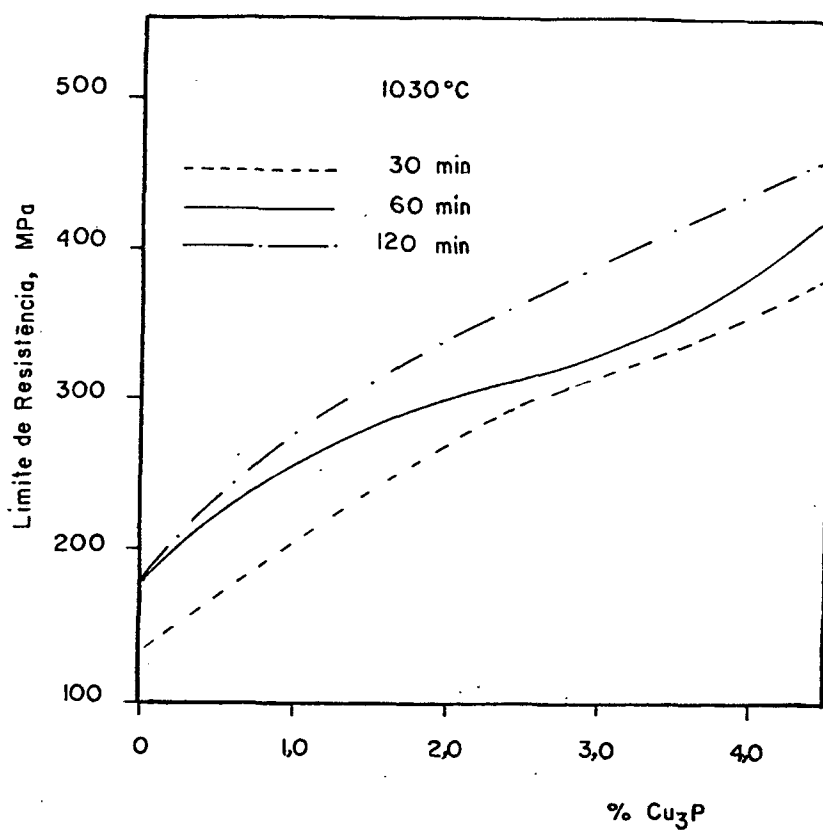


Figura 26 - Resultados quanto à influência do tempo de sinterização no limite de resistência.

a - 870 °C

b - 1030 °C

O motivo de se apresentar os dados de limite de resistência versus o percentual de Cu_3P e não versus o tempo de sinterização tem a finalidade de possibilitar futuras extrapolações.

b)-Alongamento

Na figura 27, tem-se os resultados obtidos quanto à influência do tempo de sinterização no alongamento para a

temperatura de 870 e 1030°C para os teores citados anteriormente.

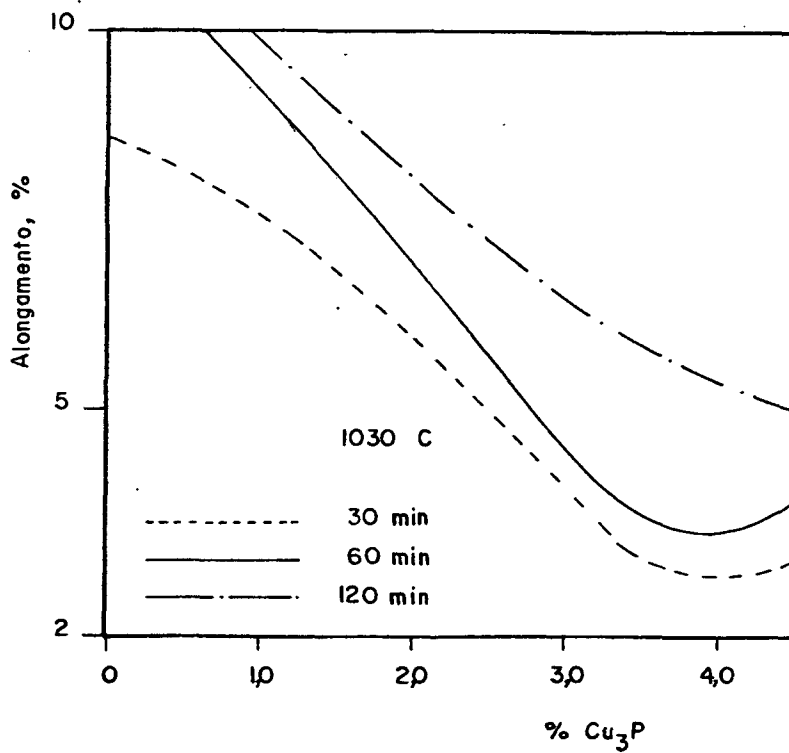
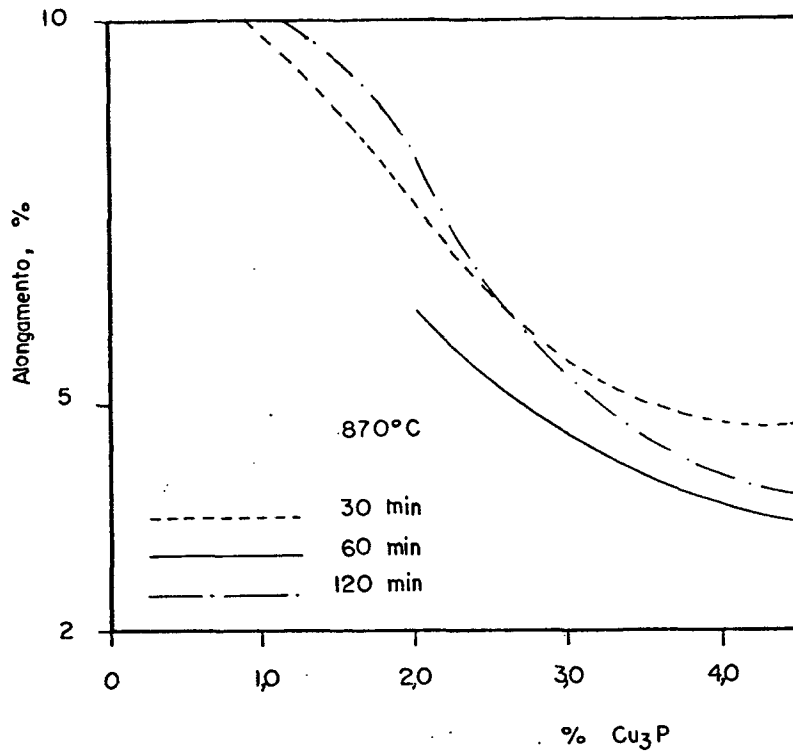


Figura 27 - Resultados quanto à influência do tempo de sinterização no alongamento.

a - 870 °C

b - 1030 °C

Inicialmente observou-se que, com o aumento do teor de aditivo, obteve-se um decréscimo do alongamento. Pode-se ainda observar pela figura 27 que, para a temperatura de 1030°C , obteve-se uma melhoria do alongamento com o aumento do tempo de sinterização. Neste caso, o efeito endurecedor deve estar contribuindo em menor escala que a melhoria da morfologia da porosidade do material, resultando em maior alongamento com tempo crescente. Na sinterização em 870°C , quando se analisa a influência do tempo no alongamento, observa-se uma queda do mesmo quando se passa de 30 minutos para 1 hora de sinterização. Isto pode ser explicado baseando-se no fato que aqui o efeito endurecedor da matriz é o predominante (provavelmente devido a se ter tempos e temperatura relativamente baixos). Já para os tempos de 1 a 2 horas, o efeito da melhoria da morfologia dos poros passa a ser o fator preponderante para conferir as características de alongamento ao material.

c)-Seleção dos resultados

Comparando-se os resultados da influência do tempo no limite de resistência e no alongamento, constata-se que para se obter limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%, tem-se as seguintes possibilidades:

Desses possíveis casos, foram selecionados os pontos 1 e 2, pois o ponto 3 obviamente implica em maior desvantagem econômica do processo, devido ao maior tempo exigido.

Tabela 6 - Quadro esquemático dos pontos possíveis de obtenção de limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%.

PONTOS	PARÂMETROS		
	TEMP. DE SINT. (°C)	% DE Cu ₃ P (%)	TEMPO DE SINT. (horas)
1	870	3,5	1,0
2 "	1030	2,5	0,5
3	1030	2,0	1,0

" - Ponto extrapolado a partir das figuras 26b e 27b.

A fim de caracterizar a variação dimensional, foram medidas as variações dimensionais longitudinais totais e após sinterização, cujos resultados estão apresentados na tabela 7.

Tabela 7 - Resultados quanto à precisão dimensional para os pontos otimizados da tabela 6, onde:

Variação dimensional percentual (% entre parênteses) e absoluta (mícrons).

PONTOS	PARÂMETROS		
	SPRINGBACK (CAVIDADE)	VARIA. DIMENS. (SINTERIZADO)	VARIA. DIMENS. TOTAL
1	(0,28) +250	(0,12) -110	(0,15) +140
2	(0,25) +230	(0,05) -50	(0,20) +180

Medida absoluta (Base de medida de 80 mm)
desvio padrão máximo - 16% em relação a média.

De modo geral, observa-se que o "springback" para a

condição 2 é menor do que o obtido para a condição 1. Isto se deve à menor quantidade de aditivo utilizada na condição 2. Ainda observa-se que o ponto 1 possui melhores características quanto à precisão dimensional, visto que tanto a variação dimensional total quanto a variação dimensional durante a sinterização apresentam valores menores.

6.4.-INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DO ADITIVO (Cu_3P) NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Em item anterior (6.3.2.c.), constatou-se a possibilidade do emprego de 2 combinações (pontos 1 e 2) de temperatura de sinterização, tempo de sinterização e percentual de Cu_3P que resultam em limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%.

No presente item serão abordados as influências da granulometria do aditivo nessas duas combinações, porém no ponto 2 utilizar-se-á de 2,0% de Cu_3P e não de 2,5% de aditivo, por motivo de se possuir as misturas já efetuadas e esse ponto se tratar de uma extrapolação de processo.

6.4.1.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

a)-Resistência e alongamento

Os resultados obtidos quanto ao limite de resistência em função da variação da granulometria do aditivo (Cu_3P) para 870°C , 3,5% de Cu_3P sinterizados por 1 hora (condição 1) e para a temperatura de 1030°C com 2,0% de Cu_3P sinterizados por 30 minutos (condição 2) encontram-se apresentados na tabela 8.

Tabela 8 - Resultados quanto à influência da granulometria do aditivo (Cu_3P) no limite de resistência e alongamento.

GRANULO- METRIAS	CONDIÇÃO			
	1		2	
T. MEDIO MÍCRONS	L.R. (MPa)	A. (%)	L.R. (MPa)	A. (%)
3	325 (3,4)	2,9 (0,4)	325 (19,5)	---
10	300 (4,7)	4,0 (0,4)	275 (24,5)	6,0 (2,75)
<45	270 (5,9)	5,0 (0,7)	275 (5,5)	7,2 (0,6)

Entre parênteses tem-se os desvios padrão obtidos.

Da presente tabela, observa-se, de modo geral, que com o aumento da granulometria utilizada tem-se uma diminuição do limite de resistência e um aumento do alongamento.

Comparando-se a condição 1 com a 2, para mesma granulometria, tem-se que o limite de resistência para 2 é similar ao obtido para a condição 1. Esse fato sugere que a utilização de de mais alta temperatura em 2 é compensada pela menor quantidade de aditivo empregada em relação à condição 1. Quanto ao alongamento, observou-se que para a condição 2 obtiveram-se melhores resultados que para 1, provavelmente devido à utilização de mais alta temperatura e menor teor de aditivo.

Finalmente, considerando-se o objetivo econômico de empregar granulometrias próximas a 45 microns (para redução do tempo de moagem), ter-se-ia uma queda no limite de resistência para valores abaixo de 300 MPa. Isto não inviabiliza o emprego de granulometrias próximas a 45 microns. Para se atingir as

propriedades mecânicas desejadas, torna-se necessário um novo reajuste da temperatura, tempo de sinterização e percentual de aditivo da liga (com granulometria de 45 microns).

Por outro lado, na tabela 8, constata-se "excesso" de alongamento, permitindo supor que um pequeno aumento da quantidade de aditivo, resultaria em aumento da resistência, mantendo o alongamento em torno de 4%.

b)-Variação dimensional

A tabela 9 mostra resultados quanto à variação dimensional.

Tabela 9 - Resultados quanto à influência da granulometria do aditivo (Cu_3P) na variação dimensional percentual (% entre parênteses) e absoluta (microns).

GRANULO- METRIAS	CONDIÇÃO					
	1			2		
	SB	VARIA.DIM. SINTERIZ.	VARIA.DIM. TOTAL	SB	VARIA.DIM. SINTERIZ.	VARIA.DIM. TOTAL
T. MEDIO MÍCRONS						
3	(0,13) +120	(0,05) +50	(0,19) +180	(0,13) +120	(0,00) 0	(0,13) +120
10	(0,23) +210	(0,06) -60	(0,16) +150	(0,13) +120	(0,01) -10	(0,12) +110
<45	(0,22) +200	(0,12) -110	(0,10) +90	(0,14) +130	(0,04) -30	(0,10) +90

Medida absoluta (base de medida de 80 mm).

Desvio padrão máximo - 6% em relação à média.

De modo geral, constata-se que o aumento da granulometria do aditivo melhora a precisão dimensional, em ambas as condições, por diminuir a variação dimensional total e a variação dimensional

durante a sinterização.

Na condição 2, obtiveram-se menores variações dimensionais totais em relação à condição 1, possivelmente devido à menor quantidade de aditivo empregado na mistura.

Nota-se ainda que a condição 2 apresenta menor relaxação do corpo de prova compactado ("springback") que a condição 1, resultante do menor teor de aditivo.

6.5.-INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA DE SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

6.5.1.-PROPRIEDADES MECÂNICAS

a)-Resistência e alongamento

Os resultados quanto ao limite de resistência e alongamento para ferro puro, condição 1 e 2, já definidas anteriormente, e granulometria na faixa de 10 a 12 microns de aditivo são apresentados na figura 27.

Do presente gráfico, observa-se que para a condição 1 obtiveram-se as seguintes características:

Para ferro puro:

Quanto ao limite de resistência, observou-se um aumento significativo somente com o uso de atmosfera de GLP, a qual passou de 170 para 234 MPa.

Quanto ao alongamento, observou-se que o uso de atmosferas com hidrogênio resulta nos melhores valores (16%). Isto se deve possivelmente à redução de óxidos promovida por essa atmosfera.

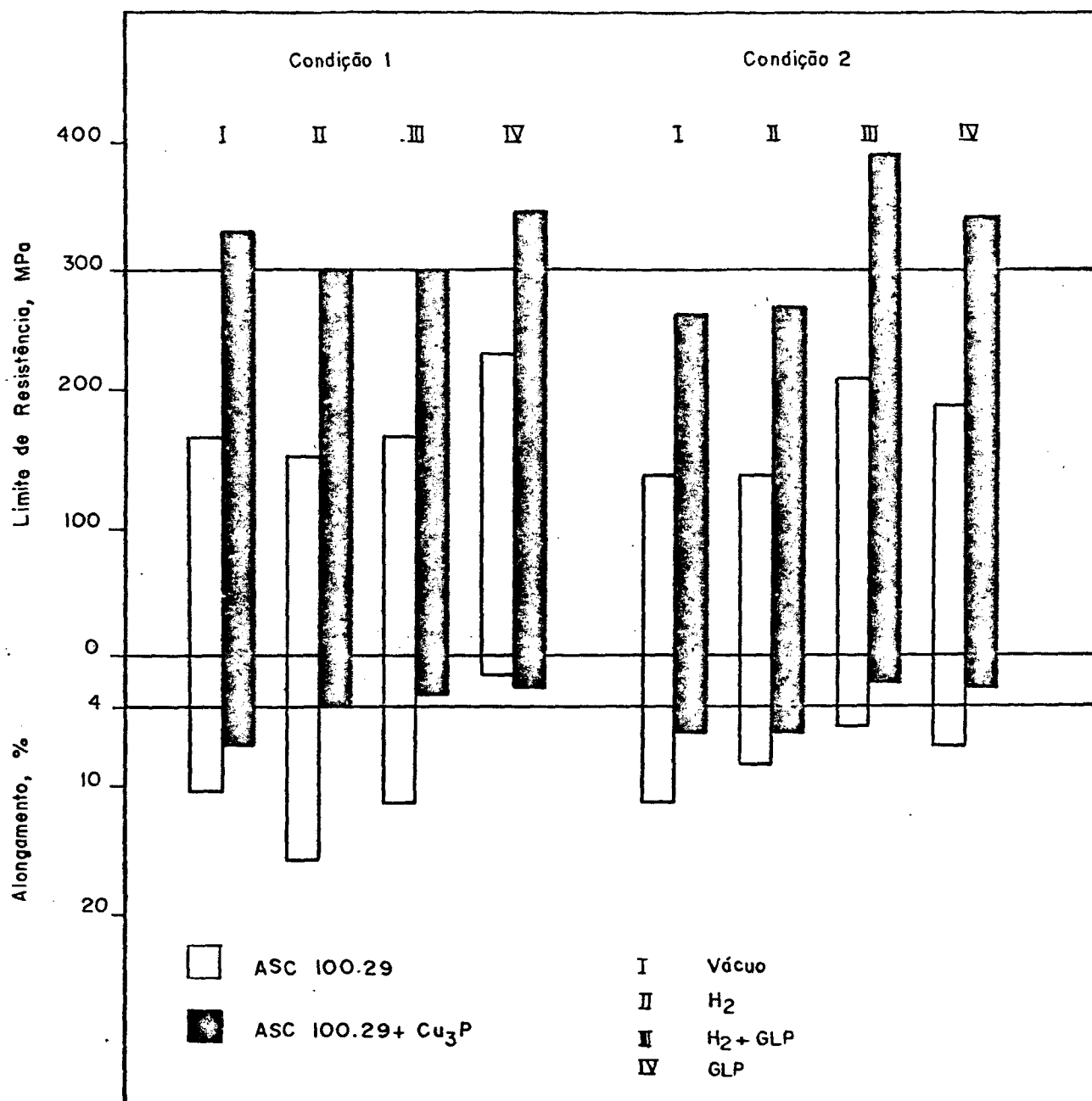


Figura 28 - Resultados quanto à influência da atmosfera de sinterização no limite de resistência e alongamento.

Para ferro + 3,5% Cu_3P :

Quanto ao limite de resistência, notou-se que todas as atmosferas resultam em valores aproximados de 300 MPa.

Para o alongamento, apenas o vácuo possibilitou valor maior que 4%, ou seja, alongamento satisfatório.

Conclui-se que para se ter, simultaneamente, 300 MPa de resistência e 4% de alongamento, apenas atmosferas contendo vácuo ou hidrogênio se mostraram satisfatórias.

Para a condição 2, observaram-se as seguintes propriedades:

Para ferro puro:

Quanto ao limite de resistência, observou-se que a presença de carbono na atmosfera aumentou o limite de resistência (140 para cerca de 200 MPa), conforme esperado devido ao efeito de endurecimento da matriz pela carbonetação da atmosfera.

Notou-se uma queda do alongamento, para as atmosferas contendo carbono, de 11,4 para cerca de 6,0%.

Para o ferro puro + 2,0% de Cu_3P :

Quanto ao limite de resistência, observou-se que novamente atmosferas contendo carbono tendem a elevar de 260 para cerca de 350 MPa a resistência, devido ao efeito de carbonetação já mencionado.

Para o alongamento, como era de se esperar, as atmosferas contendo carbono reduzem drasticamente o mesmo (6,1 para 2,5%).

Da análise dos dados acima apresentados, conclui-se que, nenhuma atmosfera para a condição 2 propiciou simultaneamente limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%. Deve-se observar que foi empregado 2,0% de Cu_3P , enquanto que o teor ideal

para essa condição seria de 2,5%, conforme extrapolação do item 6.3.2.

Conclui-se ainda que, aparentemente, o uso de atmosferas contendo carbono seria viável mediante 1030 °C e 0,5 horas em duas situações: a primeira seria a utilização de 2,0% de aditivo porém com maior granulometria do mesmo (o que exigiria uma nova otimização dos parâmetros de processo), ou a segunda forma seria a utilização de menor quantidade de aditivo, visto que há um "excesso" de resistência e insuficiência de alongamento.

CAPÍTULO 7

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1.-ASPECTOS GERAIS

Constatou-se a potencialidade do Cu_3P como ativador na sinterização do ferro.

Verificou-se ainda, a possibilidade de obtenção de propriedades mecânicas moderadas (limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%) com baixa temperatura de sinterização.

7.2.-ASPECTOS MICROESTUTURAIS

7.2.1.-Porosidade

a-O uso de Cu_3P sempre gera porosidade secundária, independente da temperatura de sinterização ou percentual de aditivo empregados.

b-O aumento da temperatura e tempo de sinterização (0,5 a 2 horas) promove arredondamento, aumento do tamanho e diminuição do número de poros, sem afetar a densidade.

7.2.2.-Homogeneização

Dependendo do teor de aditivo e da temperatura de sinterização, pode-se ter solubilização total ou parcial do Cu_3P presente na mistura, independente do tempo de sinterização utilizado.

a-Sob condições ($870^\circ\text{C}/3,5\%$ de Cu_3P e tempos de 0,5 a 2 horas) houve solubilidade parcial do aditivo, resultando numa fase rica em cobre, não dissolvida, ao redor dos poros. Isto evidencia a "difusão preferencial" do fósforo em relação ao cobre no ferro.

b-Sob certas condições ($1030^\circ\text{C}/2,0\%$ de Cu_3P e tempos de 0,5 a 2 horas) houve solubilização total do aditivo na matriz do ferro.

7.2.3.-Precipitados na matriz

a-Para todas as condições experimentais utilizadas, constatou-se a presença de precipitados (provavelmente a base de Fe-Cu-P) na matriz, como consequência da solubilização parcial ou total mencionada no item anterior.

7.2.4.-Fase intermediária

a-Para $870^\circ\text{C}/3,5\%$ de Cu_3P e tempos de 0,5 a 2 horas, constatou-se a presença de uma fase "clara" (Fe_3P) ao redor dos poros.

b-Para $1030^\circ\text{C}/2,0\%$ de Cu_3P e tempos de 0,5 a 2 horas, não se constatou a presença de tal fase, possivelmente devido a menor estabilidade termodinâmica do Cu_3P em relação ao Fe_3P em baixas temperaturas, à maior cinética de difusão do fósforo e/ou à menor quantidade de aditivo utilizada.

7.3.-PROPRIEDADES MECÂNICAS E VARIAÇÃO DIMENSIONAL

a-Influência da temperatura de sinterização e teor de aditivo (Cu_3P)

O aumento do teor de aditivo gera um aumento de resistência e uma queda do alongamento.

O aumento da temperatura de sinterização tende a aumentar o limite de resistência. Por outro lado, obteve-se em 870°C alongamentos inferiores apenas àqueles obtidos à 1100°C e superiores aos obtidos nas demais temperaturas.

Para a granulometria do aditivo de 10 a 12 microns e tempo de sinterização de 1 hora foi possível obter as propriedades desejadas (limite de resistência de 300 MPa e alongamento de 4%) para 870°C com 3,5% de Cu_3P e 1030°C com 2,0% de Cu_3P .

b-Influência do tempo de sinterização

O aumento do tempo para as temperaturas de sinterização de 870°C e 1030°C , para os diversos teores de Cu_3P , resultou em um aumento do limite de resistência e do alongamento (com exceção em 870°C e 0,5 horas).

Para se atingir as propriedades desejadas, com granulometria do aditivo de 10 a 12 microns, constata-se ser suficiente apenas 0,5 hora de sinterização em 1030°C com 2,5% de aditivo.

c-Influência da granulometria do aditivo (Cu_3P)

O aumento da granulometria do aditivo tende a diminuir o limite de resistência e aumentar o alongamento.

Nas condições estudadas constatou-se que não é possível empregar granulometrias do aditivo próximas a 45 microns (a fim de minimizar o tempo de moagem) e obter as propriedades mecânicas desejadas.

Porém, pode-se intuir que há viabilidade do emprego de granulometrias maiores que 10 microns mediante novo ajuste do percentual de aditivo, temperatura e tempo de sinterização.

d-Influência da atmosfera de sinterização

Para se atingir as propriedades mecânicas desejadas, é viável o emprego de vácuo ou hidrogênio durante a sinterização.

Por outro lado, o emprego de carbono (na forma de GLP) inviabiliza o uso de $870^{\circ}\text{C}/1$ hora e 3,5% de Cu_3P , podendo ser viável para $1030^{\circ}\text{C}/0,5$ hora, mediante novo ajuste do teor de aditivo.

7.4.-VARIAÇÃO DIMENSIONAL

a-Longitudinal

Constata-se aumento da relaxação do corpo de prova ("springback") com o aumento do teor de aditivo.

Dependendo da temperatura de sinterização e teor de aditivo empregados houve inchamento ou encolhimento durante a sinterização.

Dentre as condições de temperatura de sinterização e percentual de aditivo que resultaram em propriedades mecânicas satisfatórias, a menor variação dimensional obtida foi para $870^{\circ}\text{C}/1$ hora e 3,5% de Cu_3P , ficando a mesma na faixa de 120 a 150

mícrons (0,13 a 0,17%) em relação a cavidade da matriz ($l_0 = 89$ mm).

7.5.-SUGESTÕES

1-Utilizar pó de ferro nacional.

2-Efetuar a mistura em moinho de bolas e moinho de alta energia (para melhor quebra dos aglomerados).

3-Sinterizar em atmosfera industrial.

4-Compactar em matriz de mais alta rigidez.

5-Efetuar estudos mais detalhados quanto a variação dimensional longitudinal e principalmente transversal do corpo de prova. Avaliar também a precisão dimensional para novas geometrias.

6-Verificar o efeito do aumento do tempo de permanência do Cu_3P líquido e/ou o efeito do aumento da temperatura de início de fusão do mesmo, no processo de sinterização, mediante adição de novos elementos no aditivo.

7-Verificar os efeitos nas propriedades mecânicas para tempos de sinterização menores que 0,5 horas.

8-Avaliar a influência da taxa de resfriamento e principalmente da taxa de aquecimento. Tentar eliminar a etapa de retirada de lubrificante ("DEWAXING") através de técnica de lubrificação da matriz (pode estar havendo difusão do fósforo para a matriz de ferro já nessa etapa do processo).

9-Adicionar carbono sólido na mistura ($Fe + Cu_3P + C$).

10-Utilizar de recompactação (dupla sinterização) para redução da porosidade secundária.

11-Avaliar a possibilidade de uso de Cu_3P como interface de peças de ferro-bronze.

12-Verificar influência da técnica de liga ($\text{Fe} + \text{Cu} + \text{Fe}_3\text{P}$ versus $\text{Fe} + \text{Cu}_3\text{P}$).

13-estudar o mecanismo de fratura.

14-Utilizar um maior número de corpos de prova para se diminuir o desvio padrão obtido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASTM, Metas Handbook - Powder Metallurgy. V.7, 9th ed. 1984
- [2] TENGZELIUS, J.. *A New powder for High Strength Applications.* Metal Powder Report. Nov. pp.757-769, 1988.
- [3] JANDESKA, W.F.. *Strength and Ductility Enhancement of Low Temperature Sintered Iron Powder Structures.* Metal Powder Report. Set. pp.461-466, ref.8, 1982.
- [4] BOLTON, J.D., JEANDIN, M., JOUANNY TRESY, C.. *Mechanisms of Sintering in High Speed steels with Phosphorus Alloying Additions.* Powder Metallurgy. V33. N.2. pp.126-131, ref.10, 1990
- [5] BERNARDINI, P.A.N.. *Cinética de Sinterização em Baixa Temperatura.* Proposta de Tese Submetida a UFSC. Dez. ref.76, 1990
- [6] BERNARDINI, P.A.N., *Potencialidade do Uso do Cu₃P como Adição ao Ferro em Materiais Sinterizados.* Relatório de Bolsista RHAE. UFSC. Mar. ref. 35, 1990.
- [7] BERNARDINI, P.A.N., MARCONDES, P.V.P. et al., *Sinterização em Baixa Temperatura de Ligas Ferrosas. Parte I: Critérios de Seleção de Aditivos e Potencial do Cu₃P.* Seminário de Metalurgia do Pó. ABM. São Paulo. Out. ref.7, 1991.

- [8] MARCONDES,P.V.P.,BERNARDINI,P.A.N. et alli, *Sinterização em Baixa Temperatura de Ligas Ferrosas.Parte II: Influência do Teor de Cu3P e da Temperatura de Sinterização nas Propriedades Mecânicas e na Precisão Dimensional.* Seminário de Metalurgia do Pó. ABM. São Paulo. Out. ref.8, 1991.
- [9] CHIAVERINI,V. *Metalurgia do Pó - Técnicas e Produtos.* ABM. 1982.
- [10] ASHBY,M.F. *A First Report on Sintering Diagram.* Acta Metallurgica. V.22, Mar. pp.275-289 ref.15, 1974.
- [11] KINGERY,W.D., et alli. *Introduction to Ceramics.* A Wiley Interscience Publication.2nd ed., 1987.
- [12] SHAW,N.S. *Densification and Coarsening During Solid State Sintering Ceramics: A Review of the Models. Part I Densification.* Powder Metallurgy International. V.21, N.3, pp. 16-21, ref.33, 1989.
- [13] SHAW,N.S. *Densification and Coarsening During Solid State Sintering Ceramics: A Review of the Models. Part II. Grain Growth.* Powder Metallurgy International. V.21, N.3, pp.31-33, Ref.10, 1989.
- [14] LENEL,F.V. *Powder Metallurgy-Principles and Applications.* Metals Powder Industry Federation. 1980.

- [15] GERMAN, R.M. *Phase Diagrams in Liquid Phase Sintering Treatments*. Journal of Metals. Ago. pp.26-29, ref.15, 1986.
- [16] GERMAN, R.M. *Liquid Phase Sintering*. Plenum Press - New York. 1985.
- [17] GERMAN, R.M., RABIN, B.H. *Enhanced Sintering Through Second Phase Additions*. Powder Metallurgy. V.28, N.1, pp.7-12, ref.30, 1985.
- [18] MADAM, D.S., GERMAN, R.M. *Quantitative Assessment of enhanced Sintering Concepts*. Powder Metallurgy. V.33, N.1, pp.45-53, ref.27, 1990.
- [19] JAMES, W.B. *Overview of High Density P/M Forming Processes*. The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology. V.21, N.3, pp.163-182, ref.53, 1985.
- [20] HUPPMANN, W.J. *Sintering to High Density*. The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology. V.21, N.3, pp.183-191, ref.17, 1985.
- [21] BOCCHINI, G.F. *The Influence of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials*. Powder Metallurgy. V.22, N.3, pp.187-235, ref.18, 1986.
- [22] HAYNES, R. *Development of Sintered Low Alloy Steels*. Powder Metallurgy. V.32, N.2, pp.140-146, ref.20, 1989.

- [23] BROWN, G.T. *Powder Forging: A Perspective*. The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology. V.21, N.3, pp.193-200, ref.9, 1985.
- [24] LYNN FERGUSON, B. *Emerging Alternatives to Hot Isostatic Pressing*. The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology. V.21, N.3, pp.201-218, ref.8, 1985.
- [25] GERMAN, R.M., D'ANGELO, K.A. *Enhanced Sintering Treatments for Ferrous Powders*. International Metals Reviews. V.29, N.4, pp.249-272, ref.193, 1984.
- [26] LUND, J.A., TANAKA, Y., QU, X. *Flux-Enhancement of Alloying in Iron-3% Silicon Compacts*. Powder Metallurgy. V.31, N.1, pp.45-51, ref.5, 1988.
- [27] TANAKA, Y., LUND, J.A., *Catalytic Effect of Carbonates in Iron-Graphite Compacts*. Powder Metallurgy. V.31, N.1, pp.45-51, ref.5, 1988.
- [28] TANAKA, Y., LUND, J.A., *Catalysis of Alloying in Iron-Graphite Compacts*. Powder Metallurgy. V.22, N.2, pp.73-80, ref.11, 1986.
- [29] TANAKA, Y., LUND, J.A., *Alloying and Sintering in Iron-Graphite Compacts at 900°C*. Powder Metallurgy International. V.18, N.6, pp.409-411, ref.5, 1986.

- [30] FREDEL, M.C. *Componentes de Alumínio Sinterizado. Tecnologia de Fabricação e Caracterização Mecânico-Microestrutural.* Dissertação de Mestrado. UFSC. Mar. ref.99, 1990.
- [31] *Production and Application of Aluminum P/M Products. Atomised Aluminium Powders.* EMPCO-MKB, pp.115-121, (ALCAN).
- [32] JAMIL, S.G., CHADWICK, G.A. *Investigation and Analysis of Liquid Phase Sintering of Fe-Cu and Fe-Cu-C Compacts.* Powder Metallurgy. V.28, N.2, pp.65-71, ref.16, 1985.
- [33] TABESHFAR, K., CHADWICK, G.A. *Dimensional Changes During Liquid Phase Sintering of Fe-Cu Compacts.* Powder Metallurgy. V.27, N.1, pp.19-24, ref.13, 1984.
- [34] DANNINGER, H. *Pore Formation During Sintering of Fe-Cu and its Effects on Mechanical Properties.* Powder Metallurgy International. V.19, N.1, pp.19-23, ref.34, 1987.
- [35] MIURA, H., TOKUMAGA, Y. *The Effect of Phosphorus Additions on the Structure and Mechanical Properties of Sintered Iron Compacts.* The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology. V.21, N.4, pp.269-281, ref.10, 1985.
- [36] JANDESKA, W.F. *Activated Low Temperature Sintering of Iron Powders Structures.* National Powder Metallurgy Conference Proceedings. V.37. pp.233-253, ref.6, 1981.

- [37] HANSEN, M. *Constitution of Binary Alloys*. McGraw-Hill. 1958.
- [38] JAMES, B.A. *Liquid Phase Sintering in Ferrous Powder Metallurgy*. Powder Metallurgy. V.28, N.3, pp.121-130, ref.74, 1985.
- [39] KLEIN, A.N., OBERACKER, R., THUMMLER, F. *High Strength Si-Mn-Alloyed Sintered Steels. Sinterability and Homogenization*. Powder Metallurgy International. V.17, N.2, pp.71-74, ref.10, 1985.
- [40] KLEIN, A.N., OBERACKER, R., THUMMLER, F. *High Strength Si-Mn-Alloyed Sintered Steels. Microstructure and Mechanical Properties*. Powder Metallurgy International. V.17, N.1, pp.13-16, ref.11, 1985.
- [41] EVANS, C.J. *Tin in Ferrous Powder Metallurgy*. Metal Powder Rreport. Maio. pp.258-260, 1982.
- [42] METALLNOMCENTRALEN HANDBOOK 6E. Powder Metallurgy-MNC Swedish Metals Standards Division, 1978.
- [42] HOEGANAES IRON POWDER - Catálogo do ASC 100.29. Oct. 1980.

ANEXO I - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA
TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu₃P NO LIMITE
DE RESISTÊNCIA.

Cu ₃ P (%)	TEMPERATURA (°C)				
	870	940	1030	1070	1100
0,0	----- -----	182,5 (2,1)	187,0 (4,2)	190,0 (5,0)	195,0 (2,8)
1,25	----- -----	222,7 (23,0)	243,3 (19,6)	277,3 (23,2)	263,7 (10,4)
2,0	253,1 (34,8)	255,0 (25,0)	318,0 (19,1)	309,3 (25,6)	299,0 (22,4)
3,5	300,0 (15,9)	297,0 (38,4)	346,3 (21,8)	362,3 (15,3)	376,0 (29,1)
4,5	328,2 (5,5)	351,3 (22,5)	369,3 (18,6)	382,3 (29,1)	391,7 (19,0)
6,0	----- -----	435,7 (16,2)	443,0 (25,1)	460,1 (13,5)	451,7 (25,5)
8,75	----- -----	454,0 (13,5)	493,7 (11,2)	463,7 (20,0)	487,3 (12,4)
12,0	----- -----	419,7 (15,3)	449,3 (29,1)	431,7 (7,8)	397,3 (32,1)

LIMITE DE RESISTÊNCIA (MPa).
DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESSES).

ANEXO II - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA
TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NO
ALONGAMENTO.

Cu ₃ P (%)	TEMPERATURA (°C)				
	870	940	1030	1070	1100
0,0	----	17,3	20,7	19,2	19,1
	----	(1,3)	(1,7)	(4,2)	(1,5)
1,25	----	7,8	10,8	13,6	11,5
	----	(2,0)	(2,9)	(2,8)	(1,4)
2,0	6,2	4,9	7,1	6,4	9,2
	(3,5)	(2,2)	(3,0)	(2,4)	(5,6)
3,5	4,0	2,3	3,4	3,4	9,5
	(2,0)	(1,2)	(2,1)	(1,2)	(0,4)
4,5	3,4	1,4	2,9	2,6	3,9
	(0,7)	(0,1)	(1,6)	(1,3)	(1,9)
6,0	----	2,4	2,7	3,1	2,2
	----	(0,5)	(0,4)	(0,3)	(0,7)
8,75	----	1,3	1,4	1,2	1,3
	----	(0,2)	(0,3)	(0,2)	(0,2)
12,0	----	0,9	0,7	0,8	0,8
	----	(0,06)	(0,1)	(0,2)	(0,1)

ALONGAMENTO (%).
DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES).

ANEXO III - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA
TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NA
VARIAÇÃO DIMENSIONAL LONGITUDINAL.

Cu_3P (%)	TEMPERATURA ($^{\circ}\text{C}$)				
	870	940	1030	1070	1100
0,0	-----	[0,03]	[0,02]	[0,00]	[0,00]
	-----	+30	+20	00	00
	-----	(0,0)	(0,0)	(0,0)	(0,0)
1,25	-----	[0,05]	[0,06]	[0,08]	[0,10]
	-----	+40	+50	+70	+90
	-----	(0,01)	(0,00)	(0,01)	(0,09)
2,0	[0,17]	[0,12]	[0,14]	[0,20]	[0,16]
	+150	+110	+130	+180	+150
	(0,01)	(0,03)	(0,04)	(0,05)	(0,04)
3,5	[0,14]	[0,15]	[0,20]	[0,40]	[0,23]
	+140	+140	+180	+360	+210
	(0,02)	(0,05)	(0,02)	(0,00)	(0,04)
4,5	[0,17]	[0,20]	[0,28]	[0,44]	[0,29]
	+150	+180	+250	+400	+270
	(0,006)	(0,04)	(0,03)	(0,05)	(0,05)
6,0	-----	[0,14]	[0,17]	[0,44]	[0,42]
	-----	+130	+150	+400	+380
	-----	(0,04)	(0,01)	(0,01)	(0,05)
8,75	-----	[0,14]	[0,08]	[0,27]	[0,23]
	-----	+130	+70	+240	+210
	-----	(0,006)	(0,006)	(0,09)	(0,12)
12,0	-----	[0,18]	[0,08]	[0,07]	[0,28]
	-----	+160	+70	-60	-200
	-----	(0,02)	(0,01)	(0,06)	(0,07)

VARIAÇÃO DIMENSIONAL LONGITUDINAL PERCENTUAL [ENTRE COLCHETES]
VARIAÇÃO DIMENSIONAL LONGITUDINAL ABSOLUTA (MÍCRONS), BASE DE
MEDIDA DE 89 mm.
DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES).

ANEXO IV - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA
TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E TEOR DE Cu_3P NA
VARIAÇÃO DIMENSIONAL TRANSVERSAL.

Cu ₃ P (%)	TEMPERATURA (°C)				
	870	940	1030	1070	1100
0,0	----	[1,91]	[1,91]	[1,91]	[1,91]
	----	+110	+110	+110	+110
1,25	----	[1,91]	[1,91]	[1,91]	[1,91]
	----	+110	+110	+110	+110
2,0	[2,08]	[1,90]	[2,02]	[1,97]	[2,14]
	+120	+110	+116	+113	+123
3,5	[2,42]	[2,08]	[1,90]	[2,20]	[2,00]
	+140	+120	+110	+130	+120
4,5	[2,77]	[2,08]	[2,08]	[2,25]	[2,25]
	+160	+120	+120	+130	+130
6,0	----	[2,08]	[2,08]	[2,25]	[2,40]
	----	+120	+120	+130	+140
8,75	----	[2,20]	[1,90]	[1,90]	[1,90]
	----	+130	+110	+110	+110
12,0	----	[2,08]	[1,90]	[1,56]	[1,39]
	----	+120	+110	+90	+80

VARIAÇÃO DIMENSIONAL TRANSVERSAL PERCENTUAL [ENTRE COLCHETES]
VARIAÇÃO DIMENSIONAL LONGITUDINAL ABSOLUTA (MÍCRONS), BASE DE
MEDIDA DE 5 mm.

ANEXO V - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NO LIMITE DE RESISTÊNCIA E ALONGAMENTO.

LIMITE DE RESISTÊNCIA:

Cu3P (%)	TEMPO (Horas)					
	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0
	870°C			1030°C		
0,0	164,7 (4,9)	-----	138,8 (9,1)	137,1 (20,8)	187,0 (4,2)	175,5 (16,8)
2,0	241,4 (11,2)	253,1 (34,8)	274,9 (10,2)	271,9 (27,7)	318,0 (19,1)	340,0 (10,8)
3,5	262,7 (14,6)	300,0 (15,9)	321,6 (4,5)	328,8 (13,8)	346,3 (21,8)	417,8 (14,9)
4,5	308,7 (16,2)	328,2 (5,5)	343,9 (8,9)	379,9 (19,1)	369,3 (18,6)	458,7 (14,0)

LIMITE DE RESISTÊNCIA (MPa).
DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES).

ALONGAMENTO:

Cu3P (%)	TEMPO (Horas)					
	0,5	1,0	2,0	0,5	1,0	2,0
	870°C			1030°C		
0,0	11,6 (2,2)	-----	11,0 (1,9)	8,5 (1,8)	20,7 (1,7)	12,1 (2,7)
2,0	7,7 (2,6)	6,2 (3,5)	8,8 (1,2)	6,0 (2,8)	7,1 (3,0)	7,9 (1,4)
3,5	4,9 (1,8)	4,0 (0,7)	4,0 (1,2)	2,9 (1,3)	3,4 (2,1)	5,8 (1,0)
4,5	4,7 (1,4)	3,4 (0,7)	3,6 (0,9)	3,1 (1,4)	2,9 (1,6)	5,0 (0,7)

ALONGAMENTO (%).
DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES).

ANEXO VI - RESULTADOS DOS ENSAIOS QUANTO A INFLUÊNCIA DA ATMOSFERA
DE SINTERIZAÇÃO NO LIMITE DE RESISTÊNCIA E ALONGAMENTO.

ATMOSFERA	CONDIÇÃO			
	870°C/1h/ASC 100.29		1030°C/0,5h/ASC 100.29	
	LIM. RESIST. (MPa)	ALONG. (%)	LIM. RESIST. (MPa)	ALONG. (%)
VÁCUO	170,0 (10,58)	10,8 (2,9)	138,1 (20,2)	11,4 (5,2)
HIDROGÊNIO	155,0 (11,5)	16,0 (2,1)	140,0 (20,8)	8,5 (1,8)
HIDROGÊNIO + GLP	170,0 (11,9)	11,4 (2,8)	213,0 (5,4)	5,6 (2,7)
GLP	235,1 (15,8)	1,5 (0,8)	197,0 (3,1)	7,1 (3,3)

DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES)

ATMOSFERA	CONDIÇÃO			
	870°C/1h/3,5% Cu3P		1030°C/0,5h/2,0% Cu3P	
	LIM. RESIST. (MPa)	ALONG. (%)	LIM. RESIST. (MPa)	ALONG. (%)
VÁCUO	330,0 (4,1)	7,0 (1,4)	265,0 (36,0)	6,0 (1,7)
HIDROGÊNIO	300,0 (15,9)	4,0 (0,7)	272,0 (27,7)	6,0 (2,8)
HIDROGÊNIO + GLP	300,0 (8,4)	3,0 (0,9)	390,0 (6,6)	2,0 (0,2)
GLP	320,0 ----	2,5 ----	340,0 (37,9)	2,5 (0,7)

DESVIO PADRÃO (ENTRE PARÊNTESES).